

40040

6608-2003-030



ANNEE 2003 THESE : 2003 - TOU 3 - 4030

**FABRICATION DE L'ALIMENT A LA FERME
EN ELEVAGE PORCIN :**

**CONTRIBUTION A LA RECHERCHE
DE TRACEURS DE L'HOMOGENEITE
DU MELANGE**

THESE
pour obtenir le grade de
DOCTEUR VÉTÉRINAIRE

DIPLOME D'ETAT

*présentée et soutenue publiquement en 2003
devant l'Université Paul-Sabatier de Toulouse*

par

Emmanuel GENDRON

Né, le 31 décembre 1973 à CHATELLERAULT (Vienne)

et

Stéphane, André GILLOT

Né, le 5 août 1969 à VILLEJUIF (Val de Marne)

Directeur de thèse : M. le Professeur Roland DARRÉ

JURY

PRESIDENT :
M. Henri DABERNAT

Professeur à l'Université Paul-Sabatier de TOULOUSE

ASSESEUR :
M. Roland DARRÉ
M. Guy-Pierre MARTINEAU

Professeur à l'Ecole Nationale Vétérinaire de TOULOUSE
Professeur à l'Ecole Nationale Vétérinaire de TOULOUSE

MEMBRE INVITE
M. Eric ROYER

Ingénieur agronome à l'Institut Technique du

FABRICATION DE L'ALIMENT A LA FERME EN
ELEVAGE PORCIN : CONTRIBUTION A LA
RECHERCHE DE TRACEURS DE
6608-2003-030



A notre jury de thèse :

Monsieur le Professeur DABERNAT

Professeur des Universités
Praticien hospitalier
Bactériologie

Qui nous a fait l'honneur d'accepter la présidence de notre jury de thèse.
Hommage respectueux.

Monsieur le Professeur DARRET

Professeur à l'Ecole Nationale Vétérinaire de Toulouse
Productions animales

Qu'il trouve ici l'expression de notre profond respect et de notre sincère reconnaissance pour sa patience.

Monsieur le Professeur MARTINEAU

Professeur à l'Ecole Nationale Vétérinaire de Toulouse
Pathologie médicale du bétail et des animaux de basse-cour.

Qui a aimablement accepté de faire partie de notre jury de thèse.
Sincères remerciements.

Monsieur Eric ROYER

Ingénieur agronome à l'institut technique du porc à Toulouse

Dont l'apport scientifique et technique nous a été très précieux,
Qu'il soit assuré de notre plus profonde gratitude.

Sincères remerciements de la part de Stéphane

A Julien Albar,
qui a guidé nos premiers pas au cours de la réalisation de cette thèse

A mes parents,
qui n'y croyaient plus

A ma soeur
pour être là, tout simplement

A Christelle,
pour les plaisirs partagés

A Marie-Lou,
un amour de p'tite girafe

A toute ma famille et belle famille,
pour votre chaleureuse présence

A mes amies et amis,
à nos rencontres passées et à venir

Sincères remerciements de la part d'Emmanuel

A Julien Albar et Eric Royer,
qui ont chacun leur tour guidé nos pas au cours de la réalisation de cette thèse.

A Messieurs les Professeurs Gries et Enjalbert
Professeurs à l'Ecole Nationale Vétérinaire de Toulouse
Alimentation
Qu'ils soient assurés de nos sincères remerciements pour leurs conseils éclairés.

A Monsieur GUERIN
Maître de conférence à l'Ecole Nationale Vétérinaire de Toulouse
productions animales
Qu'il trouve ici l'expression de notre reconnaissance pour son dévouement.

A Monsieur SANSOT
Docteur Vétérinaire,
je n'ai pas oublié que c'est vous qui êtes à l'origine de ce projet.

A mes parents et grand-parents,
pour m'avoir soutenu tout au long de mon parcours.

A Céline,
Pour tous les jours.

A Marie, ainsi qu'à toute ma famille et belle-famille,
pour m'avoir stimulé quand il le fallait.

A Monsieur TICOULET
Docteur Vétérinaire,
en souvenir de tout ce que nous avons partagé.

Aux membres des cabinets vétérinaires de Montmoreau, Aubeterre et Thiviers,
pour m'avoir accueilli.

A Françoise
for your precious help.

Et enfin merci à Stéphane d'avoir partagé cette longue épreuve.

Sans oublier une caresse à Mendy, Nusch et Tara, trois fidèles compagnes.

Emmanuel GENDRON (ENV Toulouse 97)
Stéphane GILLOT (ENV Toulouse 1997)

Sujet de thèse

**Fabrication de l'aliment à la
ferme en élevage porcin :
contribution à la recherche de
traceurs de l'homogénéité du
mélange.**

SOMMAIRE

	page
INTRODUCTION	3
I. l'alimentation du porc	4
I.1- Présentation	4
I.2- Les caractéristiques physiologiques de la fonction digestive chez les porcs	4
I.2.1- Caractéristiques physiologiques digestives du porcelet	4
I.2.2- Caractéristiques physiologiques digestives du porc charcutier	6
I.2.3- Caractéristiques physiologiques digestives de la truie	7
I.2.3.1- Les spécificités de la gestation	8
I.2.3.2- Les spécificités de la lactation	8
I.3- Les apports recommandés selon les différents stades de vie	9
I.3.1- Les besoins des porcelets	9
I.3.2- Les besoins des truies reproductrices	11
I.3.2.1- Les besoins des truies en gestation	11
I.3.2.2- Les besoins des truies en lactation	13
I.3.3- Les besoins des porcs charcutiers	16
I.4- La formulation	17
I.4.1- L'élaboration des formules	17
I.4.2- Les matières premières	18
I.4.2.1- Les sources énergétiques	18
I.4.2.2- Les sources azotées	19
I.4.2.3- Les sources mixtes	20
I.4.2.4- Les apports de minéraux, vitamines et autres additifs	20
I.4.2.5- Les limites d'incorporation de certaines matières premières	22
I.4.3- Exemples de formules suivant le stade physiologique	25
I.4.3.1- Formules destinées à des truies en gestation	25
I.4.3.2- Formules destinées à des truies en lactation	25
I.4.3.3- Formules destinées à des porcs charcutiers en phase de croissance	26
I.4.3.4- Formules destinées à des porcs charcutiers en phase de finition	26
II. fabrication de l'alimentation à la ferme (FAF)	27
II.1- Introduction	27
II.1.1- Historique	27
II.1.2- Part de l'aliment industriel	27
II.1.3- Part de l'aliment fermier (FAF)	27
II.1.4- « du broyeur à l'usine »	27
II.2- Le contexte FAF	28
II.2.1- Facteurs de développement	28
II.2.2- Freins au développement de la FAF	29
II.2.3- Motivations des éleveurs fabricants	29
II.2.4- Contraintes liées à la FAF	29
II.3- Conception des ateliers FAF	30
II.3.1- Option voie sèche ou voie humide ?	30
II.3.2- Option CAMV ? AMV ou COV ?	30
II.3.3- Postes et fonctions	31
II.4- Aspects économiques	34
II.4.1- Investissements	34
II.4.2- Rentabilité	34

II.4.3- Performances	35
II.4.4- Main d'œuvre	35
II.4.5- Coûts de fabrication	36
III- Aspects réglementaires	38
III.1- La législation visant l'utilisation d'additifs dans l'alimentation porcine	38
III.1.1- Définition	38
III.1.2- Les nécessités d'une réglementation	38
III.1.3- La réglementation	38
III.2- La législation visant la fabrication d'aliments médicamenteux à la ferme	40
III.2.1- Définition	40
III.2.2- Réglementation	41
III.2.3- L'arrêté du 27 novembre 1985	42
IV- Techniques d'appréciation du mélange	43
IV.1- Définition	43
IV.2- Elaboration du mélange	44
IV.3- Paramètres du mélange	44
IV.4- Homogénéité et conformité du mélange	45
IV.4.1- Conformité	45
IV.4.2- Homogénéité	45
IV.5- L'homogénéisation	46
IV.5.1- Détermination des éléments de comparaison de l'homogénéité	46
IV.5.2- Extraction de la variance théorique	47
IV.5.3- La variance analyse	51
IV.5.4- Objectifs de qualité des mélanges	51
IV.6- L'échantillonnage	52
IV.6.1- Définition	52
IV.6.2- Détermination de la taille et du nombre d'échantillons	52
IV.6.3- Matériel	52
V- Choix du traceur	53
V.1.- Matériels et méthodes	53
V.1.1- Description des installations	53
V.1.2- Traceurs testés	59
V.1.3- Mélanges expérimentaux	60
V.1.4- Prélèvements des échantillons et mesures effectuées	61
V.1.5- Analyse statistique des résultats	62
V.2- Résultats	63
V.2.1- Observations générales	63
V.2.2- Mélange par mélange	64
V.2.3- Traceur par traceur	64
V.2.4- Discussion des résultats	66
V.2.5- Essai de classement des traceurs	67
VI- CONCLUSION	71
BIBLIOGRAPHIE	72

INTRODUCTION

A l'origine, le moteur principal du développement de la fabrication d'aliment à la ferme était la volonté de mieux valoriser les productions céréalières locales (maïs, blé, orge...). Après avoir accusé un certain ralentissement, cette activité semble désormais connaître un regain d'intérêt. En effet, la fabrication d'aliment à la ferme est devenue un excellent moyen de répondre à une nouvelle attente des consommateurs attachés à la qualité et à la traçabilité des aliments qu'ils consomment.

Cette pratique est très répandue, notamment dans l'élevage porcin. C'est pourquoi les questions posées il y a quelques années sont à nouveau d'actualité. La question de la qualité de l'aliment distribué aux porcs est l'une des plus importantes et un des paramètres essentiels permettant de juger cette qualité est *l'homogénéité du mélange* qu'est l'aliment

Ce paramètre est à considérer sous trois angles différents :

- Intérêt nutritionnel
- Intérêt réglementaire
- Intérêt technologique

1. Intérêt nutritionnel :

Un mélange homogène permet d'optimiser l'efficacité d'un aliment. En d'autres termes, il est raisonnable de penser que si l'aliment une fois mélangé est homogène, les cochons recevront chacun une ration également homogène. Cette homogénéité concerne les composants majeurs (matières premières) et ceux présents en faibles quantités (additifs). On peut facilement comprendre que les premiers ne posent pas de problèmes de mélange car ils interviennent en grande quantité. En fait, la granulométrie parfois très différente de leurs particules peut entraîner un démélange. Pour les micro-ingrédients dont les quantités varient du gramme au kilo et qui sont présents dans les parties fines de l'aliment, il est particulièrement important que ceux-ci soient uniformément répartis.

2. Intérêt réglementaire :

De plus en plus, dans un souci de sécurité alimentaire, le législateur n'autorise l'utilisation de certains micro-ingrédients à risque, des facteurs de croissance et des médicaments qu'avec la preuve de la fiabilité des processus de fabrication.

En fabrication à la ferme, la panoplie des produits utilisables sera d'autant plus vaste que les garanties pourront être apportées sur les bonnes conditions de leur utilisation.

3. Intérêt technologique :

La mesure de l'homogénéité du mélange permet de contrôler le bon fonctionnement de la mélangeuse, d'optimiser les temps de mélange et les niveaux de chargement.

I- L'ALIMENTATION DU PORC

I.1- Présentation

L'élevage porcin en France a évolué au fil du temps pour passer du type familial à celui d'industriel. Cette évolution a été permise par une certaine rationalisation des différentes phases de la production (par exemple, l'application de la conduite en bande). L'alimentation n'échappe pas à cette règle. En effet, par le biais de la conduite en bande, on peut constituer des lots d'animaux présentant, à un instant donné, un même état physiologique et les mêmes besoins alimentaires. On peut alors distinguer quatre groupes :

- les reproducteurs
- les porcelets avant le sevrage
- les porcelets en post-sevrage
- les porcs à l'engraissement

Les capacités de production du porc (c'est à dire le nombre de porcelets sevrés par truie et par an, la durée de production d'une truie ou la rapidité et la qualité de croissance des porcs charcutiers) sont dépendantes de l'alimentation aux différentes phases de leur vie.

I.2- Les caractéristiques physiologiques de la fonction digestive chez les porcs

Le porc est un monogastrique, ce qui implique qu'il ne digère pas la cellulose brute, que son transit digestif est rapide et qu'il a besoin d'un apport en acides aminés essentiels (principalement la Lysine [LYS], Tryptophane [TRP], Méthionine [MET], Cystine [CYS] et Thréonine [THR]).

L'expérience a démontré qu'une mauvaise gestion du poste alimentation dans une quelconque phase, a des conséquences négatives sur les suivantes, en terme de productivité. C'est pourquoi il est important d'établir les caractéristiques de l'aliment adapté à chaque période de la vie de l'animal. Et pour cela, il est nécessaire d'étudier sa physiologie et d'en déduire ses besoins.

I.2.1- Caractéristiques physiologiques digestives du porcelet

A sa naissance, le porcelet est un animal immature, qui ne possède pas un équipement enzymatique complet. Cette maturation va se faire progressivement au cours des premières semaines de vie. Le schéma N° 1 [25] ,présenté ci-après, montre l'incapacité fonctionnelle du porcelet à digérer autre chose que du lait avant l'âge de 3-4 semaines, étant donné que seule la lactase (enzyme intervenant dans la digestion du lactose) est active jusqu'à cet âge. Cependant, à partir de 4 semaines, les enzymes telles que la lipase, l'amylase et la trypsine commencent à avoir une activité qui est toutefois insuffisante pour permettre au porcelet de se nourrir comme un adulte. [10]

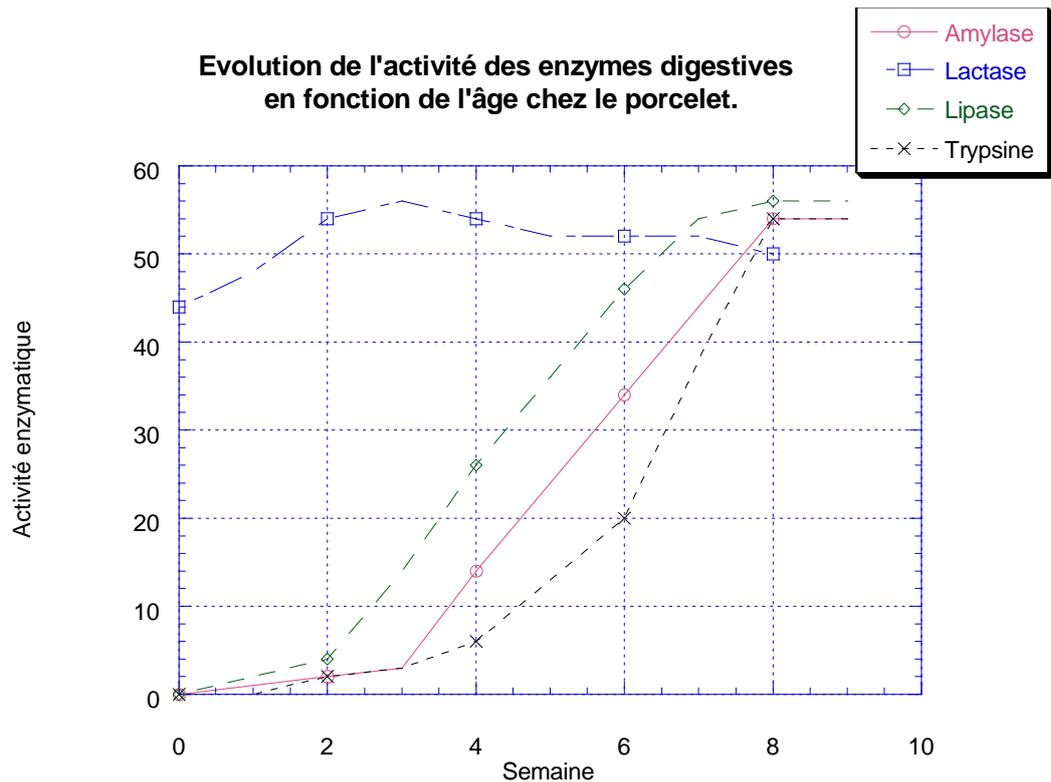


Schéma N°1 [INRA Physiologie digestive chez le porc]

Le sevrage se définit comme le passage d'une alimentation lactée à une alimentation solide [21]. Cette transition est brutale et stressante car il y a séparation de la mère, changement de local et d'alimentation.

On peut dire effectivement, que les premières semaines de vie sont le théâtre de nombreux bouleversements physiologiques chez le porcelet (mise en place de la fonction de thermorégulation, croissance très rapide, mise en place du système d'immunité active et du système enzymatique digestif), ce qui explique l'importance des besoins en énergie, protéines et minéraux. Le porcelet doit consommer un maximum de lait maternel, cependant qu'il doit consommer le plus rapidement possible un aliment sec afin de couvrir ses besoins énormes et permettre le développement de son équipement enzymatique digestif. Le porcelet n'est équipé pour la digestion de l'amidon des céréales et des protéines végétales que vers l'âge de 3 à 4 semaines [21].

On peut donc considérer deux périodes capitales dans le début de vie du porcelet : **la période lactée** qui s'achève par le sevrage et qui débouche sur la deuxième : **la période du post-sevrage** préparant le porc à son entrée en atelier d'engraissement [21].

La productivité étant l'une des principales composantes de la compétitivité économique des élevages de production porcine, placés pour la plupart dans un contexte de forte concurrence, il sera nécessaire de sevrer le plus grand nombre de porcelets par truie et par an. La prolificité de la truie augmente régulièrement lorsque l'on diminue la durée d'allaitement. Cependant l'intervalle sevrage-oestrus et la prolificité sont généralement perturbés par une durée d'allaitement inférieure à trois semaines.

Le choix de l'âge du sevrage résulte donc d'un compromis entre des paramètres liés au porcelet et à la truie. Le sevrage à 3 semaines, le plus généralement pratiqué, permet une productivité maximale des truies qui est supérieure à 22 porcelets/truie/an. Le recours à deux

types d'aliments (premier âge et deuxième âge) est généralement nécessaire pour satisfaire les différentes exigences qui évoluent rapidement durant cette période [21].

1.2.2- Caractéristiques physiologiques digestives du porc charcutier

Les porcs charcutiers sont des cochons qui vont de 25 à 110 kg (soit 2,5 à 6 mois). L'alimentation représente 2/3 du prix d'un animal arrivant à l'abattage. Ainsi même si les porcs ont un GMQ élevé, il est nécessaire de faire baisser l'IC pour diminuer au maximum le coût de production. De plus, il faut contrôler l'épaisseur de gras se déposant au cours de l'engraissement pour satisfaire la demande actuelle des transformateurs et des consommateurs. Le cochon est un animal qui a une bonne capacité à valoriser les différentes sources alimentaires d'énergie et de protéines[10]. Les différents CUD (*Coefficient d'Utilisation Digestive*) des monogastriques sont supérieurs en général à ceux des ruminants (ex : CUDprotéines = 80 à 85 % en moyenne). Le schéma N° 2 [22] montre la façon dont le porc charcutier utilise l'énergie de sa ration. Un tiers de ce que le porc ingurgite quotidiennement est utilisé pour subvenir aux besoins d'entretien. Le reste est utilisé pour croître. Mais c'est surtout le dépôt de gras qui est favorisé par l'énergie. L'éleveur doit alors, par le biais de l'alimentation, privilégier le dépôt de muscle au dépend du dépôt de gras.

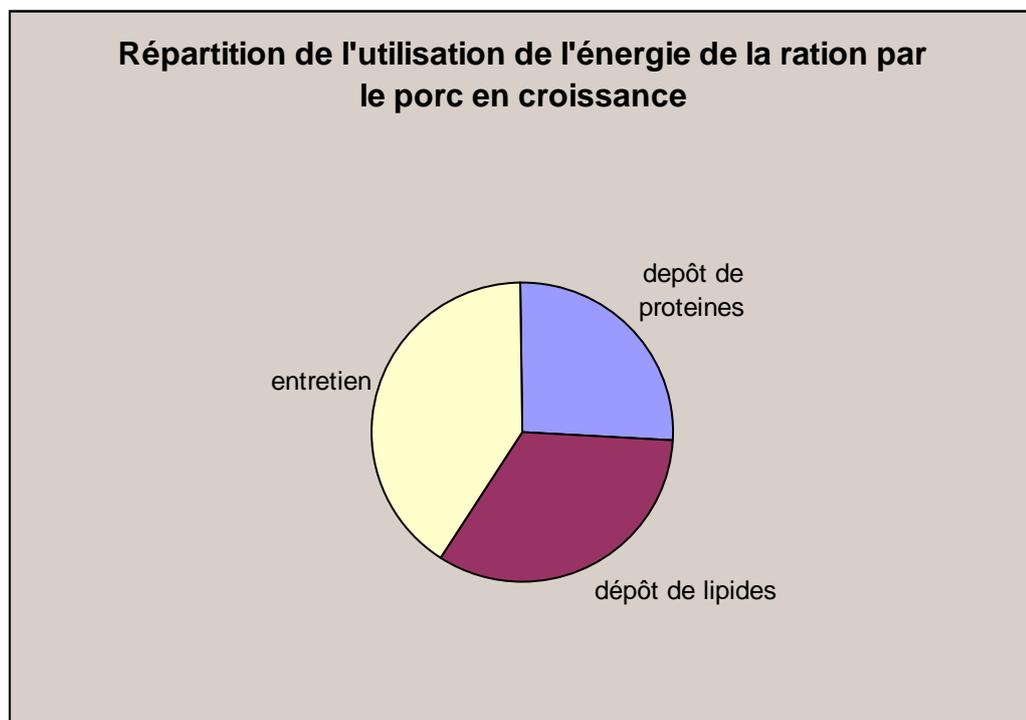


Schéma N° 2[INRAP.- Nutrition et alimentation des animaux d'élevage]

Naturellement, le porc régule la quantité d'aliments qu'il ingère de deux façons :

- régulation métabolique : plus la teneur énergétique d'un aliment diminue, moins l'animal consomme cet aliment.
- Régulation physique : plus la taille du repas augmente, moins l'animal consomme.

Malheureusement, ce système agit toujours trop tard, ce qui implique que le porc est un animal hyperphagique qu'il faut parfois rationner. On peut utiliser deux modes de rationnement : **la restriction quantitative** (elle n'est possible que s'il n'y a pas de

compétition pour accéder à l'aliment et si les mâles castrés et les femelles sont séparés car ces dernières ont des besoins quantitatifs supérieurs) et la **restriction qualitative** (ce qui correspond à une diminution des apports en énergie pouvant aller jusqu'à 25 %). [Les expériences de Mac Meekan, ont montré la nécessité de diminuer la valeur énergétique de la ration des porcs charcutiers à partir de 50 à 60 kg] [10].

Les aliments généralement utilisés ont une concentration énergétique de 2900 à 3400 Kcal d'ED/kg : il sera donc intéressant d'apporter à l'animal l'aliment présentant le coût le plus faible pour 1000 Kcal d'ED¹ (en respectant la couverture de tous les besoins). Les expériences de Mac Meekan et les expériences sur les besoins protéiques ont permis d'établir un plan de rationnement des porcs charcutiers et d'éviter ainsi un excès de gras sur les carcasses. Les besoins azotés diminuant avec l'âge, on peut envisager deux solutions :

- distribuer successivement deux aliments (un aliment « porc croissance » plus riche en MAT² et en LYS, puis un aliment « porc finition » contenant moins de LYS et moins d'énergie).
- distribuer un seul aliment (aliment porc unique) de concentration intermédiaire en LYS et MAT. Cette solution est la plus courante [21].

Il ne faut pas oublier pour autant, la part de responsabilité de la génétique dans la variation de l'adiposité des carcasses. En effet on peut établir un classement des races les plus courantes selon l'adiposité des carcasses :

Piétrain < L.B³ < L.F < L.W

On peut faire de même pour le sexe :

Mâle < Femelle < Mâle castré

Rq : il faut noter aussi que L.W est la race la plus prolifique ce qui explique sa présence dans les schémas de sélection [10].

Il faut donc pondérer toutes les constatations précédentes en fonction du sexe et de la génétique. En effet une restriction énergétique est valable pour les souches maigres, alors que la restriction protéique leur est néfaste.

I.2.3- Caractéristiques physiologiques digestives de la truie

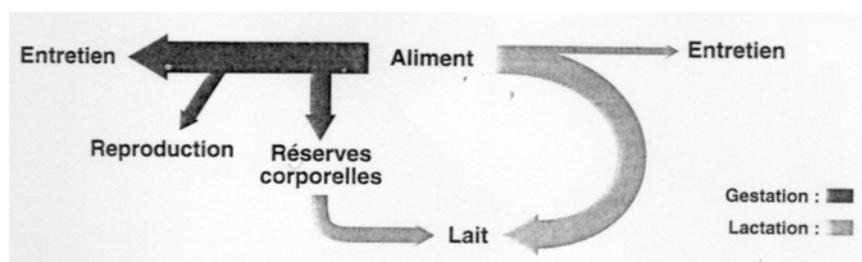


Schéma N° 3 [ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]
Utilisation des aliments pendant un cycle de reproduction

¹ ED : énergie digestible

² MAT : matière azotée totale

³ LB : landrace belge ; LF : landrace français ; LW : large white

Le schéma N° 3 permet de visualiser comment une truie utilise la ration qu'elle ingère quotidiennement pour couvrir ses besoins (dans la mesure du possible) inhérents à son état physiologique.

1.2.3.1- Les spécificités de la gestation

La fonction de la reproduction est directement liée à la courbe de poids chez le porc et ce dès le début. La puberté est atteinte au poids de 80-90 kg, soit 6-7 mois de façon standard. On effectue la première IA à 115 kg, donc il ne faut pas que les cochettes aient une croissance trop rapide, afin qu'elles arrivent à ce poids avec un bon squelette et un utérus de taille suffisante, ce qui va conditionner la taille des portées [10].

La gestation dure 114 jours et c'est surtout dans le dernier tiers que les fœtus croissent le plus. Mais les besoins de la truie ne sont pas fortement augmentés, contrairement à ses capacités à assimiler les protéines et l'énergie de sa ration : on appelle cela « l'anabolisme gravidique ». La truie prend alors du poids par dépôt de muscle principalement.

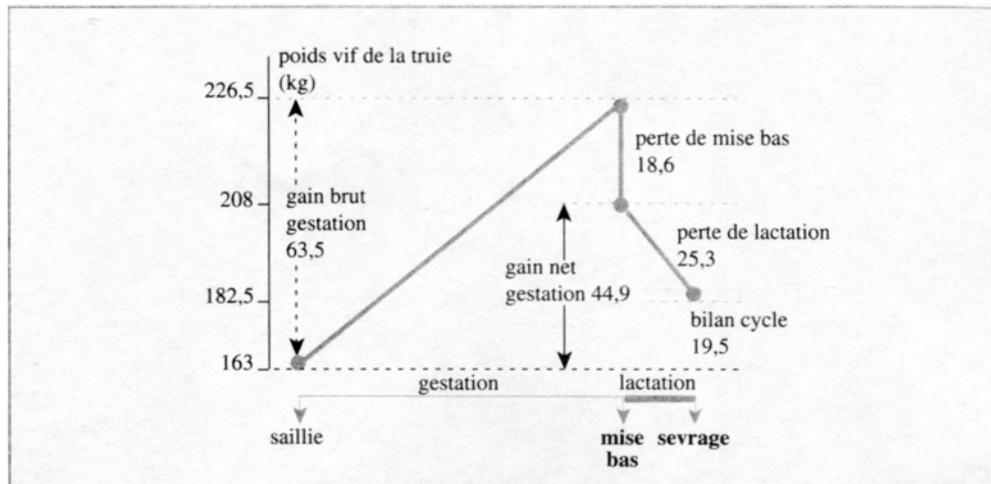
Il est à noter que la ration des truies en gestation (surtout sur la fin) nécessite un minimum de 5 % de cellulose pour éviter les problèmes de constipation.

1.2.3.2- Les spécificités de la lactation

Durant la lactation, les besoins sont très élevés, car le lait de truie est beaucoup plus riche que le lait de vache et la quantité produite est en rapport avec le nombre de porcelets. Toutefois, pendant cette période, malgré l'accroissement des quantités ingérées, les apports alimentaires sont souvent insuffisants, ce qui l'oblige à puiser dans ses réserves. Il faut faire attention à ce qu'une truie ne perde pas trop de poids durant la lactation, ce qui pourrait poser des problèmes pour la portée suivante. On augmentera donc la teneur en énergie pour éviter le syndrome de la truie maigre (chaleur silencieuse, saillie non fécondante...) ainsi que pour majorer la quantité de lait produite. On augmentera parallèlement la teneur en protéines pour éviter que la truie ne puise trop dans ses réserves et ne perde trop de muscle au détriment de la graisse et cela d'autant que l'apport énergétique doit être en accord avec l'apport en protéines pour que ces dernières soient correctement assimilées [10].

A la fin du sevrage, la truie accuse un gain de poids (prise de poids durant la gestation puis perte durant la lactation), et très vite (après 3-4 portées), les truies dépassent les 200 kg. Ce bilan pondéral du cycle de la reproduction est représenté par le schéma N° 4.

Schéma N°4 [INRA.- Nutrition et alimentation des animaux d'élevage]



Etant donné que les besoins d'entretien sont proportionnels au poids vif, les truies sont réformées au-delà d'un certain poids.

Le nombre de porcelets/portée n'est pas directement fonction de la qualité de la ration, mais leur poids dépend de la teneur en énergie. Cependant, attention au syndrome de la truie grasse, où le nombre de porcelets est inversement proportionnellement à la teneur en énergie de la ration (cf. schéma N° 5) [10].

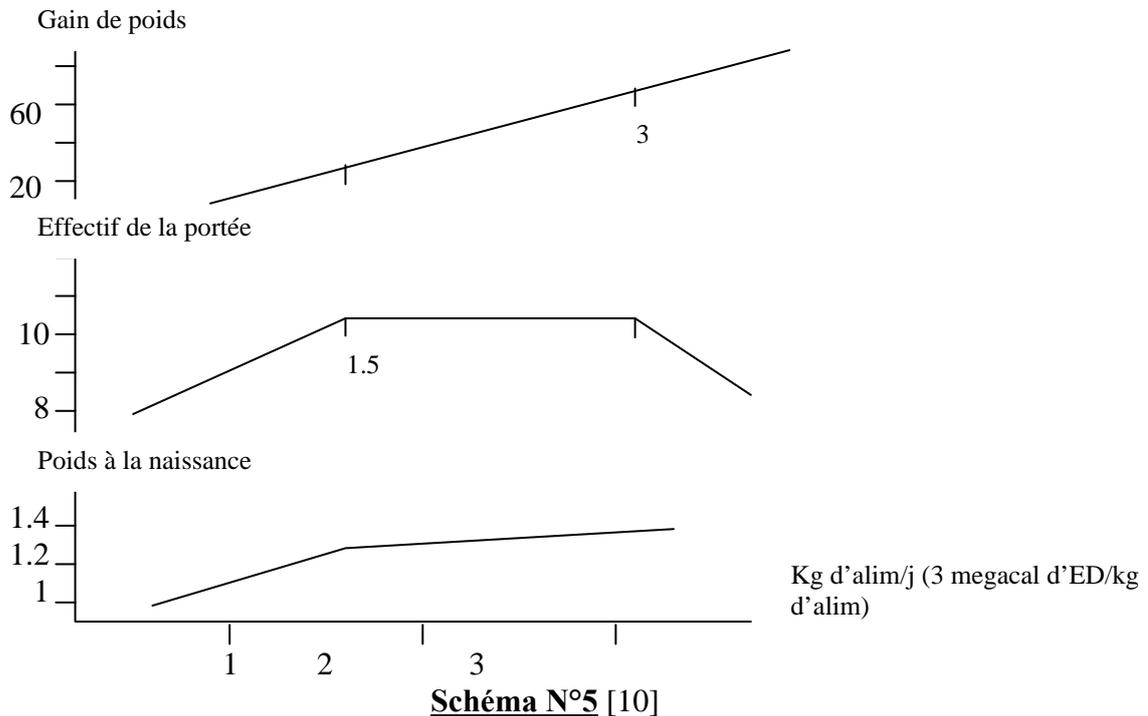


Schéma N°5 [10]

I.3- Les apports recommandés selon les différents stades de vie

I.3.1- Les besoins des porcelets :

- Les besoins en eau : le porcelet concentre moins ses urines qu'un porc en croissance. Il ne doit donc jamais manquer d'eau, sinon on a une baisse de la consommation de matière sèche. De plus, pour amener le porcelet à consommer un aliment solide, il lui faut un apport en eau important.

- Les besoins en cellulose : la cellulose doit être présente dans l'aliment des porcelets et en quantité croissante avec l'âge (aliment premier âge : cellulose brute = 3 % et aliment deuxième âge : cellulose brute = 5 %)

Le tableau N° 1 définit les caractéristiques que doivent respecter les aliments premier et deuxième âge pour ce qui est de la teneur en énergie, protéines (dont les acides aminés essentiels), certaines vitamines, certains oligo-éléments et minéraux :

Tableau N°1[ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]

Porcelets		Porcelets de 21 à 45 j : 1° âge	Porcelets de 45 à 70 j : 2° âge
	Unités	Valeurs	Valeurs
Poids	Kg	Jusqu'à 12 kg	Jusqu'à 35 kg
Concentration énergétique	ED kcal/kg d'aliment	3200 à 3600	3000 à 3500
MAT	g/1000 kcal ED	65	60
Cellulose brute	g/kg d'aliment	30 à 35	30 à 40
Matière grasse	g/kg d'aliment	< 50	< 100
LYS	g/kg d'aliment	13	11.5
MET et CYST	g/kg d'aliment	8	7
THR	g/kg d'aliment	8.5	7.5
TRP	g/kg d'aliment	2.5	2.2
Ca	g/kg d'aliment	10	10
P digestible	g/kg d'aliment	3.5	3.5
Fe	mg/kg d'aliment	100	100
Cu	mg/kg d'aliment	10	10
Zn	mg/kg d'aliment	100	100
Mn	mg/kg d'aliment	40	40
Co	mg/kg d'aliment	0.1 à 0.5	0.1 à 0.5
Se	mg/kg d'aliment	0.3	0.3
I	mg/kg d'aliment	0.6	0.6
Vit A	UI/kg	10000	10000
Vit D3	UI/kg	2000	2000
Vit E	UI/kg	20	20
Vit K	UI/kg	1	1
Thiamine (Vit B1)	UI/kg	1	1
Riboflavine (Vit B2)	UI/kg	4	4
Panthothénate de Ca (Vit B5)	UI/kg	10	10
Niacine (Vit B3 ou PP)	UI/kg	15	15
Biotine (Vit H)	UI/kg	0.1	0.1
Acide folique (Vit B9)	UI/kg	0.5	0.5
Vit B12	UI/kg	0.03	0.03
Chlorure de choline	UI/kg	800	800

- Le porcelet a besoin d'un apport massif de fer à la naissance car son stock est très faible (réserve pour une semaine), ce qui est fait par injection de fer dextran en général. Ensuite, l'apport quotidien dans l'alimentation de 100 ppm prend le relais.

I.3.2- Les besoins des truies reproductrices

I.3.2.1- Les besoins des truies en gestation

- les besoins énergétiques :

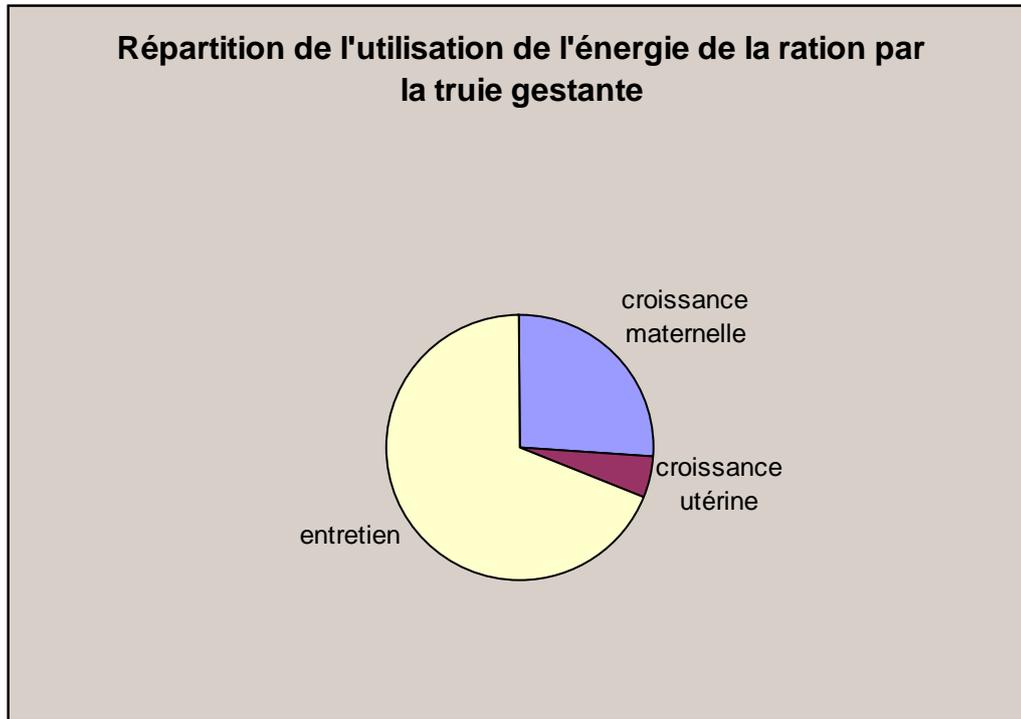


Schéma N°6[ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]

L'apport alimentaire doit couvrir les besoins d'entretien et de reproduction tout en permettant de reconstituer des réserves après une lactation. Le schéma N°6 de la répartition des besoins énergétiques chez les truies en gestation met en évidence que ce sont les fonctions d'entretien qui mobilisent le plus d'énergie. Cette notion doit être adaptée à la truie, c'est à dire qu'il faut tenir compte du poids de la truie, de la température environnante, de l'activité de la truie et de la parité. Si l'on fixe pour objectif un gain de poids de 40 kg durant la gestation, ce qui permet d'avoir des performances ultérieures optimales, il faut apporter environ 7500 à 8000 Kcal d'ED/j pendant toute la gestation. On peut alors utiliser un aliment relativement dilué en énergie (exemple 2,6 kg/j d'aliment à 2800-3000 Kcal d'ED/ kg) favorisant le transit et par la même occasion, la tranquillité de l'animal [21].

- les besoins protéiques :

Les besoins en protéines et en acides aminés durant cette période sont faibles. Ceci permet de satisfaire les besoins de croissance de la truie par des apports modérés en protéines sans affecter la prolificité de la truie. Ce dernier point n'est vrai que si l'apport en LYS et THR est suffisant [22].

Tableau N° 2 [ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]

Truie gestante		
	Unités	Valeurs
Energie de J1 à J93	(kcal ED/j)	7600
Energie de J93 à la fin	(kcal ED/j)	8800
Concentration énergétique	ED kcal/kg d'aliment	2900 à 3200
MAT	g/1000 kcal ED	40
LYS	g/kg d'aliment	5
MET et CYST	g/kg d'aliment	3.3
THR	g/kg d'aliment	3.6
TRP	g/kg d'aliment	0.95
Ca	g/kg d'aliment	10.5
P digestible	g/kg d'aliment	2.7
Fe	mg/kg d'aliment	80
Cu	mg/kg d'aliment	10
Zn	mg/kg d'aliment	100
Mn	mg/kg d'aliment	40
Co	mg/kg d'aliment	0.1
Se	mg/kg d'aliment	0.1
I	mg/kg d'aliment	0.6
Mb	mg/kg d'aliment	< 2.5
Vit A	UI/kg	5000
Vit D3	UI/kg	1000
Vit E	UI/kg	10
Vit K	UI/kg	0.5
Thiamine (Vit B1)	UI/kg	1
Riboflavine (Vit B2)	UI/kg	3
Panathénate de Ca (Vit B5)	UI/kg	8
Niacine (Vit B3 ou PP)	UI/kg	10
Biotine (Vit H)	UI/kg	0.1
Acide folique (Vit B9)	UI/kg	0.5
Vit B12	UI/kg	0.02
Chlorure de choline	UI/kg	500

I.3.2.2- Les besoins de la truie en lactation

- les besoins énergétiques

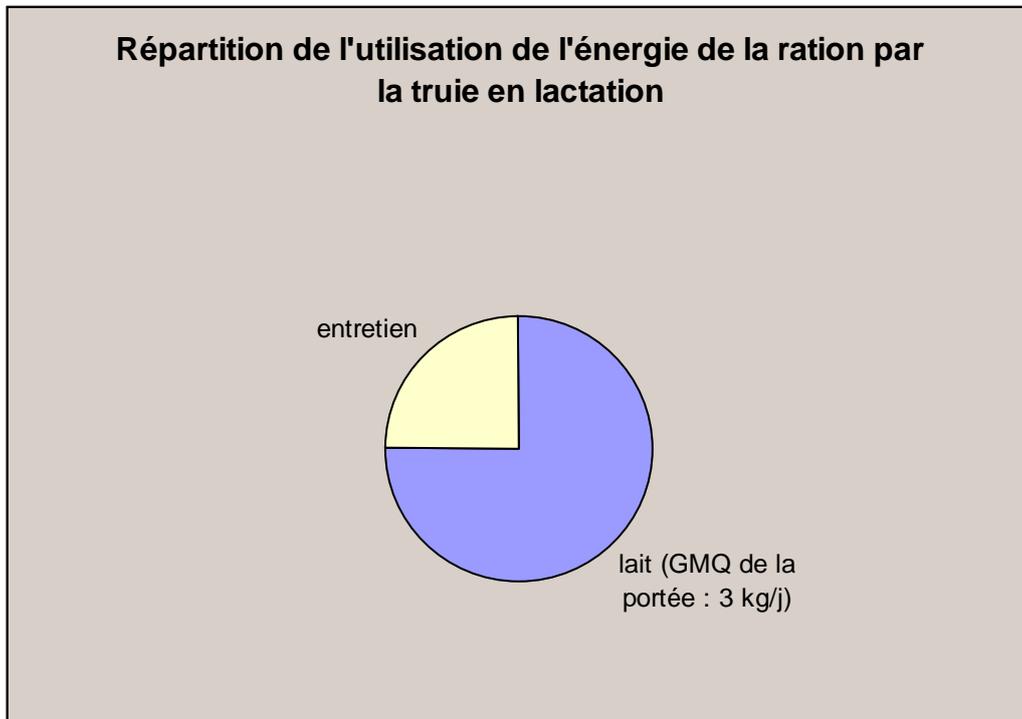


Schéma N°7 [ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]

Dans cette phase, ce sont les besoins de production lactée qui dominent (cf. schéma N°7). Par exemple, une truie peut produire jusqu'à 10 kg de lait par jour, dont la teneur en énergie est d'environ 5 MJ/kg, ce qui nécessite d'apporter 5,5 kg d'aliment à une concentration de 3000 à 3200 Kcal d'ED/kg. Ces besoins associés à ceux d'entretien amène la quantité du même aliment à 7,5 kg/j sur la durée de la lactation. Mais durant cette période, la truie mange peu au début, ce qui crée une situation de déficit nutritionnel (cf. schéma N°8) [22]. La truie utilise alors ses réserves et maigrit. En général on apporte, à volonté, un aliment contenant plus de 3000 Kcal d'ED/kg [21].

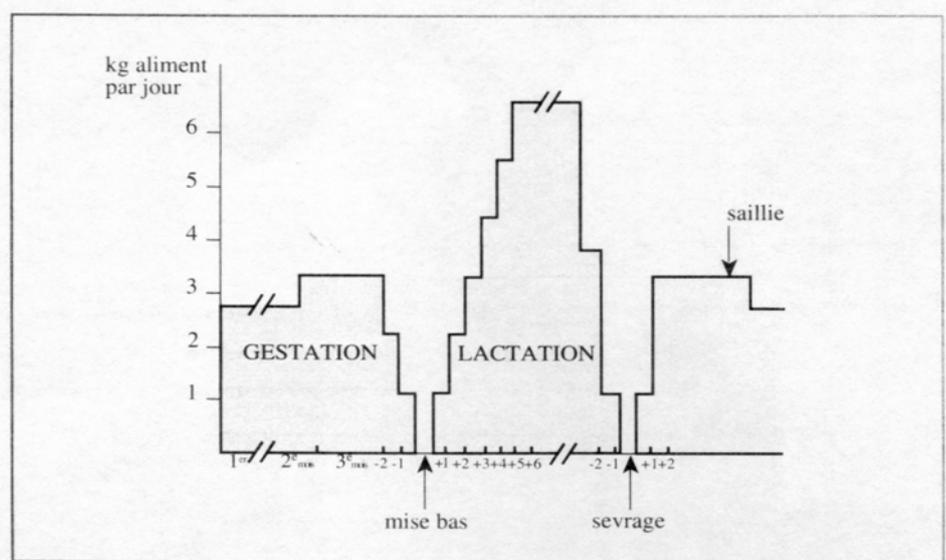


Fig. 11.2 – Plan d'alimentation de la truie sur l'ensemble du cycle (aliment truie unique). (Mémento de l'éleveur de porc)

Schéma N° 8[INRA.- Nutrition et alimentation des animaux d'élevage]

- les besoins en protéines
 Ces besoins sont à relier directement à la production de lait qui, elle, est dépendante du nombre de porcelets et de leur GMQ. Toutefois le besoin en protéines est très important. En outre, les apports protéiques déterminent la perte de poids pendant la lactation et principalement la fonte musculaire [22].
- Les besoins en eau sont multipliés par trois entre la gestation et la lactation (5-6 l d'eau/j pendant la gestation et 15-20 l d'eau/j pendant la lactation. Le taux de cellulose brute doit toujours avoisiner les 5 % [10].

Les aliments distribués aux truies en lactation doivent respecter les caractéristiques suivantes :

Tableau N° 3 [ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]

Truie allaitante		
	Unités	Valeurs
Energie	(kcal ED/j)	8000 + 1000/porcelet
Concentration énergétique	ED kcal/kg d'aliment	3050 à 3400
MAT	g/1000 kcal ED	50
Cellulose brute	g/kg d'aliment	40 à 55
LYS	g/kg d'aliment	8.5
MET et CYST	g/kg d'aliment	5.1
THR	g/kg d'aliment	6
TRP	g/kg d'aliment	1.6
Ca	g/kg d'aliment	8 à 10
P digestible	g/kg d'aliment	3.8
Fe	mg/kg d'aliment	80
Cu	mg/kg d'aliment	10
Zn	mg/kg d'aliment	100
Mn	mg/kg d'aliment	40
Co	mg/kg d'aliment	0.1
Se	mg/kg d'aliment	0.1
I	mg/kg d'aliment	0.6
Mb	mg/kg d'aliment	< 2.5
Vit A	UI/kg	5000
Vit D3	UI/kg	1000
Vit E	UI/kg	10
Vit K	UI/kg	0.5
Thiamine (Vit B1)	UI/kg	1
Riboflavine (Vit B2)	UI/kg	3
Panthothénate de Ca (Vit B5)	UI/kg	8
Niacine (Vit B3 ou PP)	UI/kg	10
Biotine (Vit H)	UI/kg	0.1
Acide folique (Vit B9)	UI/kg	0.5
Vit B12	UI/kg	0.02
Chlorure de choline	UI/kg	500

I.3.3- Les besoins des porcs charcutiers

Pour les raisons énoncées précédemment, les porcs charcutiers de 25 à 60 kg, sont nourris à volonté, contrairement aux porcs en finition qui sont rationnés. Mais dans les deux cas les aliments qui leur sont distribués doivent respecter les caractéristiques suivantes :

Tableau N°4 [ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]

Porcs charcutiers		Croissance	Finition
	Unités		
Poids	Kg	25-60 kg	65 –105 kg
Concentration énergétique	ED kcal/kg d'aliment	3000 à 3400	3000 à 3400
MAT	g/1000 kcal ED	55	45
Cellulose brute	g/kg d'aliment	50	50
LYS	g/kg d'aliment	8.6	7.6
MET et CYST	g/kg d'aliment	5.1	4.6
THR	g/kg d'aliment	5.6	4.9
TRP	g/kg d'aliment	1.6	1.4
Ca	g/kg d'aliment	9	9
P digestible	g/kg d'aliment	2.6	2.4
Fe	mg/kg d'aliment	80	80
Cu	mg/kg d'aliment	10	10
Zn	mg/kg d'aliment	100	100
Mn	mg/kg d'aliment	40	40
Co	mg/kg d'aliment	0.1	0.1
Se	mg/kg d'aliment	0.1	0.1
I	mg/kg d'aliment	0.2	0.2
Vit A	UI/kg	5000	5000
Vit D3	UI/kg	1000	1000
Vit E	UI/kg	10	10
Vit K	UI/kg	0.5	0.5
Thiamine (Vit B1)	UI/kg	1	1
Riboflavine (Vit B2)	UI/kg	3	3
Panthothénate de Ca (Vit B5)	UI/kg	8	8
Niacine (Vit B3 ou PP)	UI/kg	10	10
Biotine (Vit H)	UI/kg	0.05	0.05
Acide folique (Vit B9)	UI/kg	0.5	0.5
Vit B12	UI/kg	0.02	0.02
Chlorure de choline	UI/kg	500	500

Pour ce qui des besoins en eau, le porc nécessite un apport suffisant de telle manière que le rapport « eau/MS > 2,5 », sinon on a une baisse de l'I.C. (il faut compter entre 4 et 7 litres d'eau par porc et par jour) [10].

A partir des besoins alimentaires précisés en fonction des différents stades de production (porcelet premier ou deuxième âge, porc en croissance ou finition et truie gestante ou en lactation), il faut définir quelles matières premières composeront les différents aliments ainsi que leur teneur respective. On établit alors des formules alimentaires. Pour cela, il est nécessaire de connaître la valeur nutritive des différentes matières premières. Ces données s'obtiennent soit par analyses en laboratoire soit en consultant les diverses tables des valeurs nutritives (tables de l'INRA ou de l'ITP-AGPM-ITCF).

I.4- La formulation

I.4.1- L'élaboration des formules [21]

La formulation détermine le taux auquel les différentes matières premières doivent être incorporées dans l'aliment qui est alors défini par sa formule. Pour calculer ces pourcentages, on a deux types de méthodes :

- les méthodes manuelles
- les méthodes informatiques.

Dans les deux cas, on part de principes simples :

- satisfaire le besoin énergétique
- respecter l'équilibre en acides aminés. Le rapport le plus important est LYS/ Energie. Puis on vérifie que les rapports (MET+CYS)/ LYS et THR/ LYS soient proches de 60 % (sauf pour les porcelets où il doit être égal à 65 %) et TRP / LYS = 18 %.
- incorporer les compléments minéraux vitaminés à hauteur de 3 à 4 %.

Il faut noter que, dans les formules simples (céréales + tourteau de soja), si l'équilibre LYS/ED est respecté, les autres rapports sont en général vérifiés. La méthode manuelle revient alors à la résolution d'une équation à deux inconnues :

$$\left\{ \begin{array}{l} X + Y + CMV = 1 \\ \frac{X (\text{LYS de } X) + Y (\text{LYS de } Y)}{X (\text{ED de } X) + Y (\text{ED de } Y)} = \text{LYS/ED} \end{array} \right.$$

Où X et Y représentent respectivement le taux d'incorporation de la céréale et du tourteau de soja.

On peut ensuite effectuer une substitution progressive des matières premières. On modifie alors une formule déjà établie (soja + céréale + CMV) en remplaçant soit la céréale, soit le tourteau, soit successivement les deux par des matières premières équivalentes sur la base d'apports identiques en énergie et Lysine. (On peut calculer sur ce principe que : 1 kg de tourteau de soja + 1 kg de blé = 2 kg de pois). On obtient ainsi des formules plus ou moins complexes, et par conséquent plus souples et plus adaptables aux productions du moment.

I.4.2- Les matières premières [22]

Quatre groupes de matières premières peuvent être identifiés :

- Les sources énergétiques : on appelle source énergétique une matière première contenant moins de 150 g de MAT/kg (céréales, huiles, graisses, manioc, mélasse, tubercules ...)
- Les sources azotées : ce sont les matières premières contenant plus de 250 g de MAT/kg (tourteaux, farine de poisson, poudre de lait...)
- Les sources mixtes : elles contiennent entre 150 et 250 g de MAT/kg (pois féveroles, co-produit de meunerie...)
- Les sources de minéraux, vitamines et additifs

Les trois premières de ces familles occupent une place précise sur le Graphique N°1 :

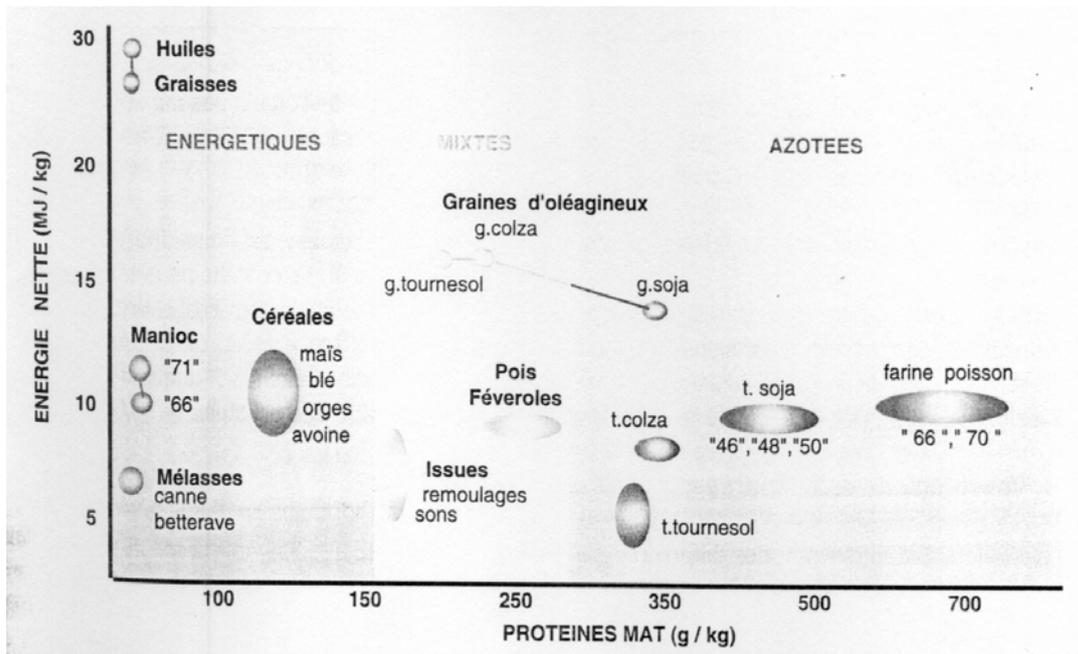


Schéma N°9[ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]

I.4.2.1- Les sources énergétiques

- Les céréales : (maïs, blé, orge...)

Ce sont les composants principaux des aliments porcins (généralement autour de 50 à 60 % de la composition). Elles apportent la majeure partie de l'énergie de la ration grâce à leur forte teneur en amidon (environ 500 g/kg). Mais elles contiennent trop peu de protéines (environ 100 g/kg) pour constituer la ration à elles seules. Les aliments d'engraissement peuvent être « monocéréales » (blé ou maïs). De manière générale, étant donné leur fort taux d'incorporation, c'est le coût qui permet de choisir entre les différentes céréales. Cependant, pour les aliments premier âge, deuxième âge et truies, il y a souvent plusieurs céréales dans la formule (par exemple, l'aliment truie gestante contient souvent de l'orge (jusqu'à 60 %) pour augmenter le taux de fibre).

- Les tubercules : (pomme de terre, topinambour, betterave demi-sucrière...)

A part la pomme de terre qui doit être cuite pour une meilleure valorisation, les autres tubercules sont utilisés crus. Pauvres en protéines, ils se substituent partiellement aux céréales pour atteindre jusqu'à 50 % de la matière sèche des rations destinées aux porcs en engraissement ou aux truies gestantes. On peut estimer que 4 à 5 kg de pommes de terre cuites peuvent remplacer 1 kg de céréales.

- Les huiles et graisses :

Ces matières sont incorporées à maxima de 6-8 % lorsque la teneur énergétique de la ration est trop faible, mais cela est rare. Cependant elles peuvent avoir un intérêt technique lors d'une alimentation sous forme de farine. En effet, à un taux de 1 à 2 %, elles peuvent limiter les poussières. Mais attention au taux d'acide linoléique, qui peut détériorer la qualité des gras.

1.4.2.2- Les sources azotées :

- Les tourteaux : (soja, colza, tournesol...)

Ce sont des coproduits des différentes graines d'oléagineux, suite à l'extraction de l'huile et ils représentent les principales sources de protéines pour les porcs.

Le tourteau de soja est le plus riche en protéines (430 à 480 g/kg) et en acides aminés essentiels (10 fois plus de LYS que dans les céréales). Il est, pour ces mêmes raisons, la source de protéines de choix dans les formules (malgré la concurrence des protéagineux). Il peut même être la seule source de protéines dans certaines formules simples (porc charcutier) où il atteint 25 %. On utilise toutefois des sources azotées plus digestibles pour les aliments de sevrage premier âge, bien qu'un minimum de 10 % de tourteau de soja doit être présent dans la formule pour favoriser l'adaptation digestive progressive.

Les tourteaux de colza et de tournesol sont moins riches en acides aminés que le tourteau de soja et sont donc moins utilisés. En outre ils sont moins riches en énergie car plus celluloseux. On peut quand même trouver un intérêt à utiliser le tourteau de tournesol dans les aliments pour truies en raison de son fort taux de fibres.

- Les farines de poisson :

Elles sont très riches en protéines (650 à 720 g/kg). On les utilise surtout dans les aliments de sevrage premier âge, parfois dans le deuxième âge et l'aliment truie à des taux de 2 à 3 %. Leur richesse en acides aminés, leur digestibilité élevée, et leur taux en CA et P en font une matière première de choix. On ne les utilise jamais pour les porcs en engraissement.

- Les produits laitiers :

Ils se caractérisent par leur richesse nutritionnelle et l'excellente digestibilité de leurs composants. Mais ce sont des produits relativement chers, ce qui implique qu'ils sont utilisés principalement dans les aliments porcelets premier âge à des taux allant jusqu'à 20 %.

1.4.2.3- Les sources mixtes :

- les protéagineux : (pois, féverole, lupin ...)

Le pois est de plus en plus utilisé pour remplacer le tourteau de soja bien qu'il soit moins riche en LYS digestible. Il est aussi énergétique que les céréales en étant deux fois plus riche en protéines et cinq fois plus riche en LYS. En raison de ces qualités nutritives, le pois peut être introduit jusqu'à 35 % dans les aliments d'engraissement à base de blé. Si la céréale est du maïs, le taux est limité à 20-25 % en raison de sa faible teneur en TRP. On peut également en mettre dans les aliments porcelets deuxième âge (jusqu'à 20%) et truies. Il est aussi nécessaire d'apporter de la méthionine lors d'une forte proportion de pois dans la formule pour respecter les proportions précitées.

La féverole a des caractéristiques voisines de celles du pois et permet de diminuer de 7 à 10 points le taux d'incorporation de soja dans les formules. La culture de ce protéagineux est en développement, parallèlement au recul du pois.

Le lupin doux a une teneur en LYS voisine de celle du pois tout en étant plus énergétique ; cependant, il contient des alcaloïdes ce qui empêche de l'incorporer à un taux supérieur à 5 %.

- Les coproduits de meunerie : (sons et remoulages)

Ils sont obtenus après extraction des farines panifiables. Il y a d'énormes variations dans les caractéristiques nutritives entre les différents éléments de ce groupe (par exemple, si l'on compare du remoulage blanc avec du gros son, la teneur en cellulose brute varie de 4 à 10 % alors que celle de l'amidon chute de 35 à 15 %, ce qui engendre des fluctuations très importantes dans les valeurs énergétiques. Parallèlement la MAT reste stable aux environs de 150 g/kg).

Les remoulages blancs peuvent remplacer les céréales en raison de leur forte valeur énergétique et atteindre 40 % de la formule. Quant aux sons, ils sont utilisés dans les aliments truies à des taux de 5 à 15 % pour leur apport en cellulose brute.

1.4.2.4- Les apports de minéraux, vitamines et autres additifs :

L'alimentation porcine utilise des matières premières d'origines très diverses comme on vient de le voir. La plupart des objectifs sont atteints grâce à ces dernières, mais certains déficits sont comblés par les additifs.

Les additifs alimentaires sont des substances qui, ajoutées en petite quantité via un pré-mélange (appelé aussi premix, concentrés oligo-vitaminiques ou CMV) au taux de 0,5 à 4%, modifient les caractéristiques de l'aliment ou les performances zootechniques de l'animal. La plupart des additifs sont fabriqués par l'industrie pour être introduits dans les pré-mélanges intermédiaires entrant à leur tour dans la composition des aliments complets. Parmi l'ensemble des additifs, au sens large, on distingue trois catégories :

- les substances qui contribuent à adapter au mieux la composition des rations aux besoins nutritionnels des animaux. On regroupe ici les acides aminés, les composés azotés non protéiques, les minéraux et les vitamines.
- Les substances qui améliorent la qualité des aliments en facilitant leur fabrication, leur conservation et leur présentation.
- Les substances qui ont une influence sur les animaux en assurant un rôle prophylactique ou en activant leur croissance.

- Les minéraux : On distingue les macro-éléments (Ca-P-Mg-Na-Cl et K) et les oligo-éléments (Fe-Cu-Zn-M-Co-Se-I et Mo). En général, les matières premières végétales entrant dans la composition des aliments pour porc sont suffisamment pourvues en Cl-K et en Mg. Pour ce qui est du P-Ca et Na, il faut avoir recours à des sources spécifiques. En effet les céréales sont très pauvres en Ca et ne peuvent subvenir qu'à 2/3 des besoins en phosphore. Il faut donc avoir recours à du phosphate bicalcique ou monocalcique plus digestible que du phosphore d'origine végétale (l'apport de phytase microbienne permet d'augmenter cette digestibilité et donc de diminuer la teneur en phosphore total de l'aliment, ce qui diminue d'autre part les rejets de phosphore dans les lisiers).
- Les vitamines : Les matières premières constituant les régimes porcins sont généralement insuffisamment pourvues en vitamines A,D,E, K et en vitamines du groupe B. D'autres sont synthétisées par l'animal (Vitamine C) ou par des bactéries intestinales (choline). Si les vitamines A,D, E, B12 et l'acide folique peuvent être stockés par l'animal, toutes les autres doivent être apportées de façon régulière à l'organisme. Les vitamines sont synthétisées de façon industrielle et ajoutées aux aliments. Mais elles se dégradent avec le temps, ce qui conduit à des durées de stockage limitées et à la définition de marges de sécurité.
- La plupart des facteurs de croissance (antibiotiques et antibiomimétiques) ont été interdits par la réglementation européenne. Le cuivre reste autorisé comme facteur de croissance au taux maximum de 175 mg/kg d'aliment et ce jusqu'à l'âge de 4 mois. Pour remplacer ces antibiotiques, on utilise des probiotiques, des enzymes, des acidifiants, des arômes, des argiles ... principalement dans les aliments premier âge. Cependant la maîtrise de leur technique n'est pas totale et leur impact sur la croissance est inconstant, voire discutable.
 - Les facteurs de croissance régulateurs de flore : ce sont des substances antibiotiques ou à activité anti-microbienne incorporées dans la ration, soit, pour réduire au minimum le prélèvement de nutriments par les micro-organismes, soit, pour diminuer la production des toxines par ces micro-organismes (amines) ou soit, pour réduire l'épaisseur des villosités intestinales (Les doses d'incorporation vont de 5 à 60 mg/kg, ce qui correspond à 100 fois moins environ que la dose thérapeutique). Mais ces facteurs de croissance permettent d'améliorer le GMQ des porcs en moyenne de 5 à 15 % et de 3 à 5 % pour l'IC en post-sevrage. Ces chiffres deviennent plus faibles en engraissement. En outre, plus les conditions d'élevage sont bonnes et le niveau de performance est élevé, moins les facteurs de croissance sont efficaces et justifiés. Si l'on ajoute le risque d'apparition d'antibiorésistance, on comprend aisément la décision de l'Union Européenne de réduire la liste des molécules réservées à la supplémentation dans l'alimentation porcine à trois molécules (avilamycine, flavophospholipol, salinomycine).

- Les probiotiques sont des micro-organismes (levures et bactéries vivantes) qui ont un rôle positif dans le tube digestif en déplaçant l'équilibre de la flore digestive en faveur d'une flore saine. Les probiotiques bactériens (lactobacillus, enterococcus...) doivent être apportés en concentration élevée ($> 10^6$ germes/g d'aliment) et continue car leur implantation n'est pas définitive. Les levures vivantes (Saccharomyces cerevisiae) ont une action barrière car elles préviennent le développement de la flore pathogène. En outre, elles libèrent des enzymes à action nutritionnelle, favorisent l'abaissement du pH et du potentiel d'oxydoréduction, améliorent la digestion et favorisent le renouvellement de la paroi intestinale.
- Les enzymes sont utilisées chez les monogastriques pour améliorer la digestion, surtout chez les jeunes animaux dont l'équipement enzymatique personnel est réduit. Les plus employées sont les phytases microbiennes, qui aident la digestion du phosphore phytique (principale présentation du phosphore végétal) et réduisent ainsi le rejet de phosphore dans les selles.
- Pour ce qui est des arômes, des acidifiants et des argiles, ils interviennent principalement dans la conservation de l'aliment, dans l'amélioration de son appétence et de sa tolérance par l'animal.
- Parallèlement, on utilise des agents émulsifiants, stabilisants, épaississants et gélifiants pour leur intérêt dans la fabrication de l'aliment (ex, des pectines, le polyéthylène glycol ou le 1,2-propanediol...)

1.4.2.5- Les limites d'incorporation de certaines matières premières :

Selon le stade physiologique, quelques matières premières ne peuvent être incorporées à la ration au-delà d'un certain taux pour des raisons liées à leur richesse alimentaire, à leur concentration en certaines substances, ou parce qu'ils contiennent des composés anti-nutritionnels limitant la digestibilité de la ration (et ce principalement pour les aliments premier et deuxième âge). Il est à noter aussi qu'il est nécessaire de respecter les limites du taux de matières sèches[21].

Tableau N° 5 - Matières premières utilisables dans les aliments « porcelets » et limites d'incorporation(%)
 [INRA.- Nutrition et alimentation des animaux d'élevage]

Matières premières	Porcelet 1 ^{er} âge		Porcelet 2 ^e âge	
	minimum	maximum	minimum	maximum
Blé		40		NL
Maïs		40		NL
Orge		40	20	NL
Seigle		0		NL
Triticale		0		NL
Manioc 70		0		20
Tourteau de soja 48	10	20		NL
Farine de poisson 70		8		8
Autolysats		5		0
Poudre de lait écrémé	10	20		10
Poudre de lactosérum		10		10
Pois de printemps		0		15
Féverole		0		10
Levure de bière		5		5
Mélasses		5		5
Huile de soja		2		2
Graisse		3		3
Lysine industrielle		0		0,2

NL = non limité

Tableau N°6 - Limites maximales d'emploi des matières premières (% d'aliment)
[INRA.- Nutrition et alimentation des animaux d'élevage]

MATIERES PREMIÈRES	TYPE D'ALIMENT					
	Porcelet 1 ^{er} âge	Porcelet 2 ^e âge	Porc charcutier	Futur reproducteur	Truie gestante et verrat	Truie allaitante
A) Matières premières riches en amidon						
Blé	40	NL	NL	50	50	50
Maïs grain séché	40	NL	NL	50	50	50
Maïs grain ensilé ou inerte	0	NL	NL	50	50	50
Maïs grain rafle	0	NL	NL	50	50	50
Orge 2 rangs	40	NL	NL	NL	NL	NL
Orge 6 rangs	0	NL	NL	NL	NL	NL
Manioc pellets (66 % amidon)	0	20	25 (*)	20	15	15
Manioc chips (71 % amidon)	0	25	35 (**)	25	20	20
(*) Aliment Croissance : 15 – Finition : 30. (**) Aliment Croissance : 25 – Finition : 40.						
B) Matières premières riches en lysine						
Pois de printemps	0	25	NL	25	15	30
Pois d'hiver	0	15	25	15	10	10
Féverole	0	10	10	0	0	0
Farine de luzerne 17	0	0	5	0	7	7
Tourteau de soja 48	20	NL	NL	NL	NL	NL
Tourteau de soja 50	20	NL	NL	NL	NL	NL
T. de tournesol non dépell.	0	0	5	5	5	5
T. de tournesol dépell.	0	10	15	10	10	10
T. de colza « 00 » non dépell.	0	5	12	0	0	0
Farine de viande	0	0	5	5	5	5
Farine de poisson 72	8	8	8	8	8	8
Lait écrémé poudre	15 (*)	10	10	10	10	10
L. lysine monochlorhydrate	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
(*) taux d'incorporation minimal : 10 %.						
C) Matières premières diverses						
Son	0	0	5 (*)	10	15	15
Remoulage bis	0	10	30	30	30	30
Remoulage blanc	10	20	40	40	40	40
Maïs gluten feed	0	0	10	10	5	5
Solubles de distillerie	0	0	5	5	5	5
Pulpe de betterave	0	5	10	10	10	10
Mélasses (distribution sec)	5	5	7	5	5	5
Mélasses (distrib. en soupe)	0	0	10	10	10	10
Lactosérum poudre	10	10	10	10	10	10
Graine de soja extrudée	5	5	5	5	5	5
Graisse animale 15 (**)	3	3	3	3	3	3
Méthionine	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
(*) Jusqu'à 15 % dans le cas d'un régime simple (monocéréale).						
(**) Sous réserve de ne pas dépasser 1,6 % d'acide linoléique dans l'aliment.						

A l'aide de tous ces éléments d'information, il est possible d'établir des formules de ration répondant le mieux possible aux besoins de l'animal.

I.4.3- Exemples de formules suivant le stade physiologique

Voici donc quelques exemples de formules élaborées dans les élevages fabriquant leur aliment à la ferme permettant de valoriser une production de blé et/ou de maïs.

I.4.3.1- Formules destinées à des truies en gestation

Tableau N°7 [ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]

Blé	Orge	Tourteau de soja	Avoine	Son	Phosphate bicalcique	Carbonate de Ca	Sel	C.O.V
35%	31.2 %	12 %	10 %	8 %	1 %	2 %	0.3 %	0.5 %

Maïs	Orge	Tourteau de soja	Tourteau de tournesol	Pulpe de betterave	Pois	Phosphate bicalcique	Carbonate de Ca	Sel	C.O.V
43.2 %	20 %	5 %	8 %	5 %	15 %	1.2 %	1.8 %	0.3 %	0.5 %

I.4.3.2- Formules destinées à des truies en lactation

Tableau N° 8[ITP, Memento de l'éleveur du porc, 2000]

Blé	Orge	Tourteau de soja	Tourteau de tournesol	Huile	Lysine HCl	Phosphate bicalcique	Carbonate de Ca	Sel	C.O.V
46 %	22 %	16 %	8 %	4 %	0.15 %	1.15 %	1.9 %	0.3 %	0.5 %

Maïs	Blé	Tourteau de soja	graine de tournesol	Pulpe de betterave	Pois	Phosphate bicalcique	Carbonate de Ca	Sel	C.O.V
33 %	20 %	15 %	4 %	6 %	18 %	1.6 %	1.6 %	0.3 %	0.5 %

1.4.3.3- Formules destinées à des porcs charcutiers en phase de croissance (25-60 kg)

Tableau N° 9 [ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]

Blé	59.4 %	Blé	63.5 %	Maïs	59.2 %
Pois	25 %	Pois	25 %	Pois	16 %
Tourteau de tournesol argentin	4 %	Tourteau de soja	8 %	Tourteau de soja	8 %
Tourteau de colza	8 %	Carbonate de Ca	1.59 %	Tourteau de colza	13 %
Carbonate de Ca	1.6 %	Phosphate bicalcique	0.69 %	Carbonate de Ca	1.54 %
Phosphate bicalcique	0.69 %	Sel	0.3 %	Phosphate bicalcique	0.6 %
Sel	0.3 %	COV	0.5 %	Sel	0.3 %
COV	0.5 %	Lysine HCl	0.22 %	COV	1 %
Lysine HCl	0.28 %	Méthionine	0.08 %	Lysine HCl	0.21 %
Méthionine	0.05 %	Thréonine	0.11 %	Méthionine	0.03 %
Thréonine	0.11 %	Tryptophane	0.015 %	Thréonine	0.07 %
Tryptophane	0.02 %			Tryptophane	0.05 %

1.4.3.4- Formules destinées à des porcs charcutiers en phase de finition (60-100 kg)

Tableau N° 10 [ITP, Mémento de l'éleveur du porc, 2000]

Blé	61.8 %	Pois	20 %	Maïs	67 %
Pois	20 %	Tourteau de soja	5 %	Tourteau de tournesol argentin	5 %
Tourteau de tournesol metro	4 %	Tourteau de tournesol argentin	4 %	Tourteau de soja	12 %
Tourteau de soja 48	1 %	Mélasse de canne	5 %	Tourteau de colza	4 %
Tourteau de colza	4	Carbonate de Ca	1.8 %	son	5.4 %
Mélasse de canne	0.49 %	Phosphate bicalcique	0.36 %	Mélasse de canne	3 %
Carbonate de Ca	1.77 %	Sel	0.3 %	Carbonate de Ca	1.79 %
Phosphate bicalcique	0.32 %	COV	0.5 %	Phosphate bicalcique	0.21 %
Sel	0.33 %	Lysine HCl	0.2 %	Sel	0.3 %
COV	0.5 %	Méthionine	0.07 %	COV	1 %
Lysine HCl	0.24 %	Thréonine	0.07 %	Lysine HCl	0.25 %
Méthionine	0.04 %	Tryptophane	0.005 %	Thréonine	0.03 %
Thréonine	0.065 %			Tryptophane	0.02 %
Tryptophane	0.01 %				
Blé	62.7 %				

II- Fabrication de l'aliment à la ferme. (FAF) [1].

II.1- Introduction

II.1.1- Historique :

Autrefois, l'alimentation des animaux reposait uniquement sur l'utilisation des produits de la ferme. Les fourrages et les tubercules étaient les seuls aliments utilisés pour les bovins et les ovins. Les porcs consommaient de l'orge, du petit lait, des tubercules, des choux, quelques sous-produits de meunerie et les déchets de cuisine. Les céréales "nobles" (blé et maïs) étaient réservées à l'alimentation humaine et aux volailles. Les rares tourteaux commercialisés étaient parfois utilisés comme amendements.

La modernisation de l'agriculture, la création d'élevages spécialisés, l'acquisition de connaissances en alimentation animale, la mise en place d'organismes de développement, de circuits commerciaux, de structures économiques coopératives ou privées, la recherche d'une productivité sans cesse améliorée avec des rations de mieux en mieux équilibrées, ont conduit à un développement très important des aliments composés industriels.

II.1.2- La part de l'aliment industriel :

L'industrie de l'alimentation animale s'est fortement développée au cours des années 1960-1970, avec des taux de croissance atteignant 10 % par an. La production annuelle d'aliment industriel atteint à présent, en France, environ 20 millions de tonnes. Dans le secteur porcs, elle couvre 70 à 75 % des besoins. Le taux de pénétration de l'aliment industriel est cependant très variable selon les régions : s'il atteint 75 % en Bretagne, mais stagne aux environs de 50 % dans les régions céréalières et à faible densité d'élevages. La densité d'aliment industriel commercialisé au km² est de 330 t en Bretagne, alors qu'il est seulement de 17 t dans le Sud-Ouest.

II.1.3- Part de l'aliment fermier (FAF) :

En production porcine, la FAF représente en Europe plus de 50 % du tonnage d'aliments consommés (Dronne et al, 1994). Elle est particulièrement importante au Danemark, en Allemagne et en Grande Bretagne.

Une étude du SCEES réalisée en 1992 précise la part de la FAF en production porcine dans les régions françaises. Les régions les plus concernées par la FAF sont :

Aquitaine	68%	Bourgogne	52%
Centre	62%	Lorraine	51%
Alsace	59%	Poitou-Charentes	45%
Champagne-Ardenne	57%	Midi-Pyrénées	40%
Haute-Normandie	52%	Bretagne	21%

II.1.4- "Du broyeur à l'usine"

"Fabriquer l'aliment à la ferme" consistait le plus souvent, autrefois, en la présence d'un petit broyeur pour broyer quelques centaines de quintaux de grains par an. Par la suite, sont venues s'ajouter une mélangeuse et une trémie d'attente avant broyage, sur laquelle plusieurs traits indiquaient les repères de dosage des matières premières, faute de systèmes de pesée.

Il s'agit aujourd'hui d'une mini-usine, de plus en plus automatisée, aménagée dans un local spécifique. A titre d'exemple, plusieurs enquêtes récentes (1996) chez les éleveurs de porcs fabricants d'aliments ont montré que les ateliers FAF produisaient en moyenne de 800 à 1000

tonnes par an, soit l'aliment nécessaire pour 150 truies naisseur-engraisseur. Les petits ateliers produisent environ 300 tonnes par an, les plus importants atteignent 3 000 à 4 000 tonnes par an.

II.2- Le contexte de la FAF

Certaines évolutions techniques et économiques récentes ont donné un nouvel essor à la FAF. D'autres facteurs seront à prendre en considération au cours des années à venir. A côté d'atouts certains, il ne faut pas sous-estimer le coût des investissements, la trésorerie nécessaire pour le stockage, et les contraintes liées à la FAF.

II.2.1- Facteurs de développement :

- La nouvelle PAC (1992-1993) a entraîné une baisse du prix des céréales qui a favorisé leur entrée dans les aliments, aux dépens des produits de substitution importés tels que le manioc, maïs gluten-feed,... et a encouragé leur valorisation directe sur l'exploitation.

- Le développement important de la culture du pois en France comme source de protéines en remplacement du tourteau de soja permet aux éleveurs-céréaliers de réaliser des aliments équilibrés, dont près de 90 % de la formule provient des productions de l'exploitation (formules céréales + pois).

- Les nombreuses expérimentations conduites au cours des années 1970-1980, par l'ITCF et l'AGPM, sur les aliments "monocéréales + pois + tourteau de soja"..., en particulier pour les monogastriques (porcs et volailles), ont souligné les possibilités et l'intérêt de formules "simples", faciles à réaliser directement dans un atelier de fabrication à la ferme.

- La spécialisation et l'augmentation de la taille des élevages, la mise au point par les fournisseurs d'équipements performants et automatisés, une compétence sans cesse accrue des éleveurs, la recherche d'une plus grande compétitivité et d'une meilleure maîtrise des facteurs de production, (en particulier de l'alimentation, poste le plus important du coût de production) ont conduit de nombreux éleveurs à réaliser un atelier FAF.

- Les possibilités d'approvisionnement à meilleur coût sont facilitées par le développement des achats de céréales "en circuits courts", directement auprès du producteur, et les achats de tourteaux de soja en direct d'usines ou de ports. Ces modes d'achat permettent de limiter les coûts de transport et les frais d'intermédiaires.

- L'excellente compétitivité des techniques de conservation des céréales par voie humide (ensilage ou inertage) - entraînant l'économie du coût de séchage (jusqu'à 1,5 euros/q) - a encouragé notamment les producteurs de maïs à développer cette technique FAF, tout d'abord en Bretagne (années 1970), ensuite dans le Sud-Ouest (année 1980).

- Au cours des années 1980, un décalage important est apparu au niveau du coût des aliments industriels entre régions. La faible compétitivité de nombreuses usines d'aliments dans les zones à faible densité d'élevages, face aux gains de compétitivité des industriels bretons à partir de l'année 1987 - est expliquée, en particulier, par la densité d'aliments commercialisés au km², par exemple 330 tonnes/km² en Bretagne contre 17 tonnes dans le Sud-Ouest. Face à ce décalage, de nombreux éleveurs de ces zones ont opté pour la FAF.

II.2.2- Freins au développement de la FAF :

- Certaines technologies (granulation, flaconnage, extrusion, tannage des tourteaux... entraînant une meilleure valorisation des aliments) sont impossibles ou difficiles à mettre en œuvre dans un atelier fermier.

- Le développement de la certification des produits animaux (traçabilité) peut conduire à une plus grande intégration dans les filières de production, avec obligation d'achat de la génétique, mais aussi de l'aliment auprès de la filière...

- L'évolution de la réglementation nationale et européenne en matière d'alimentation animale, d'utilisation d'additifs... , va entraîner le respect de nouvelles règles qui concerneront le secteur industriel mais aussi le secteur fermier.

Face à ces évolutions, et malgré ses atouts, la FAF devra trouver des solutions d'adaptation pour conserver sa place. Les associations AIRFAF, avec la devise "Un aliment de qualité au meilleur coût", ont entrepris des démarches qui devraient permettre d'assumer cette mutation : rénovation des ateliers (RENOFAF), maîtrise supérieure des équipements (granulométrie, qualité des mélanges,...), réalisation de contrôles périodiques,...

II.2.3- Motivations des éleveurs-fabricants

Plusieurs enquêtes auprès des éleveurs-fabricants ont permis de dégager les principales raisons ayant motivé le choix de cette technique :

- Réduction du coût alimentaire par la valorisation des céréales de l'exploitation, ou leur achat en circuit court directement auprès du producteur par l'utilisation de co-produits d'industries agro-alimentaires, par l'économie des coûts de séchage (dans le cas de la conservation du maïs par voie humide).

- Meilleure connaissance des matières premières utilisées : "on sait ce que l'on y met".

- Meilleure maîtrise de l'alimentation par des ajustements rapides au niveau des formules mises en œuvre (dans le cas par exemple de troubles digestifs...).

- "Fraîcheur" de l'aliment, compte tenu de la fréquence des fabrications, toutes les semaines, voire tous les jours dans certains cas.

Si certaines de ces motivations sont objectives, d'autres sont plus subjectives.

II.2.4- Contraintes liées à la FAF

"A chacun son métier", telle est la première objection présentée aux partisans de cette technique, car elle exige en effet de nouvelles compétences, différentes de celles de l'élevage :

- Compétence pour les achats, avec la priorité "d'être bien informé".

- Compétence pour le suivi de la qualité des matières premières.

- Compétence pour la gestion de la conservation des céréales.

- Compétence en formulation, avec le risque d'en rester à des formules "figées"

ne prenant pas en compte l'évolution permanente des cours des matières premières.

Cette technique présente aussi des risques :

- Risques d'ajouter à un manque de rigueur au niveau de la conduite de l'élevage, un nouveau manque de rigueur au niveau de l'atelier FAF, et de cumuler ainsi plusieurs handicaps.

- Risques de ne pas porter toute l'attention nécessaire à la conduite et l'entretien des équipements = rigueur dans le pesage, changement des grilles et des marteaux usés,...

- Main d'œuvre supplémentaire, bien que limitée dans le cas d'ateliers bien automatisés, mais qui ne peut être prise sur le temps consacré à l'élevage sans risques de dégradation de la productivité.

- Trésorerie supplémentaire, particulièrement conséquente dans le cas d'achats importants de céréales à la récolte.

- Absence de granulation car trop coûteux en FAF.

II.3- CONCEPTION DES ATELIERS FAF

II.3.1- Option : voie sèche ou voie humide ?

Dans tout projet de fabrication, en particulier pour l'engraissement des porcs, il est indispensable d'examiner d'abord les atouts de la culture du maïs et de sa valorisation par voie humide, soit en ensilage soit en inertage.

Bien que la majorité des ateliers soient conçus pour la valorisation des céréales sèches, la technique du maïs humide s'est fortement développée dans les régions à maïs. Quelques élevages de porcs pratiquent aussi l'inertage du blé en silos-couloirs.

L'atout majeur de la conservation du maïs par voie humide, est l'économie du séchage. Les petits ateliers (moins de 200 tonnes d'aliment par an) optent en général pour le stockage en silos-couloirs, qui permet un investissement limité, mais nécessite plus de main d'œuvre pour le désilage. Au-delà, le stockage en silos-tours facilite la mécanisation, mais entraîne un niveau d'investissement supérieur (350 000 francs pour un silo-tour de 300 m³). Les silos-tours peuvent être utilisés pour le stockage des céréales sèches de juillet à novembre.

Des conceptions d'ateliers mixtes, associant voie sèche et voie humide, sont réalisables.

II.3.2- Option : CAMV ? AMV ou COV ?

Un aliment comprend :

- des sources énergétiques (céréales,...)
- des sources azotées (pois, tourteaux,...)
- des sources minérales (carbonate de calcium, phosphate bicalcique, sel)
- des "oligo-éléments et vitamines"
- éventuellement des additifs.

Trois options peuvent être envisagées pour réaliser les aliments

- Utilisation d'AM (Aliment Minéral) parfois appelé "AMV" qui regroupe les apports de calcium, de phosphore, de sel, d'oligo-éléments et de vitamines. Il s'agit d'un produit incorporé de 3 à 5 % selon les types d'aliments (stades). C'est l'option pratiquée par la majorité des éleveurs-fabricants.

- Utilisation d'un pré-mélange d'oligo-éléments et de vitamines, parfois appelé COV (Concentré Oligo-éléments + Vitamines), incorporé au taux de 0,3 à 1 % selon les cas. Cette option nécessite d'acheter, de stocker et d'incorporer séparément carbonate de calcium, phosphate bicalcique et sel. L'incorporation de nombreux petits produits, à faible taux et le plus

souvent en sacs, nécessite un système de pesée spécifique, et de préférence un prémélange avant incorporation dans la mélangeuse. Cette option était fréquemment pratiquée dans les ateliers importants, mais sa fréquence tend à diminuer, compte tenu d'une plus grande compétitivité des AMV.

- Utilisation de complémentaires azotés, parfois appelés CAMV : de nombreux élevages, souhaitant simplifier leur approvisionnement et limiter le nombre de matières premières à incorporer, se procurent des complémentaires introduits au taux de 20 à 50 %. Ces complémentaires regroupent, en général, les sources azotées et l'apport minéral et vitaminique. Cette option est, par exemple, fréquemment pratiquée pour réaliser des aliments porcelets "premier âge" (50 % blé, 50 % complémentaire). Il convient d'étudier la compétitivité de cette option pour les aliments d'engraissement.

Le choix de l'une ou de l'autre de ces trois options peut influencer sur la conception du stockage et des transferts : stockage en sacs, système de pesée spécifique, équipement pour prémélange,... et donc sur les investissements.

II.3.3- Postes et fonctions

Tout atelier de fabrication comprend un certain nombre de postes et fonctions à examiner tour à tour pour obtenir une bonne cohérence de l'ensemble.

Le cœur de l'atelier comprend trois postes essentiels : PESAGE, BROYAGE et MELANGE.

Ces trois postes sont de plus en plus souvent regroupés dans un même ensemble broyeur + mélangeuse, sur jauges de contrainte.

- *Le pesage :*

Au niveau de ce poste essentiel, la précision est déterminante pour un respect rigoureux des proportions des différentes matières premières prévues dans les formules.

Trois options existent :

- bascules de circuit
- plateau peseur, type bascule romaine
- châssis peseur sur jauges de contrainte

Les bascules de circuit (de 10, 20 kg ou plus), basées sur le comptage de pesées unitaires, couramment utilisées autrefois, sont à présent à déconseiller pour leur manque de précision.

Les plateaux peseurs, type bascule romaine, sont d'une très grande précision, mais sont de plus en plus remplacés par des châssis peseurs à 3 ou 4 jauges de contrainte (capteurs électroniques). Ces procédés de pesage procèdent par cumul des quantités à introduire de chaque matière première. Le châssis peseur permet de peser les matières premières introduites, soit dans la trémie d'attente, soit dans la mélangeuse. Ce procédé de pesage est à présent généralisé pour les machines à soupe.

Pour obtenir une meilleure précision, il faut incorporer les "petits produits" en dernier lieu. En dessous du taux de 2 à 3 %, il apparaît préférable de disposer d'un système de pesée spécifique plus précis. Certaines firmes conditionnent ces produits en sacs pour chacun de leurs clients, en rapport avec les quantités à introduire par cycle.

Les dosages volumétriques allant jusqu'à tracer des repères sur la trémie d'attente sont à proscrire, car ils ne correspondent plus à la rigueur impérative que l'on se doit d'observer aujourd'hui.

- *Le broyage :*

Le rôle du broyeur consiste à réduire le grain en fines particules afin qu'elles soient mieux attaquées par les sucs digestifs.

Les broyeurs à marteaux se sont généralisés dans les ateliers FAF et ont succédé aux broyeurs à meules et à plots. Récemment quelques broyeurs à rouleaux ont été mis en service.

Le broyeur à marteaux comprend un rotor sur lequel sont fixées plusieurs rangées de marteaux qui projettent le grain sur des plaques d'usure (enclume) et sur une grille disposée sur le pourtour de la chambre de broyage, le grain est éclaté par percussion. Sous la grille, les pâles d'un ventilateur évacuent la farine vers la mélangeuse. Une ou plusieurs de décompression permettent de filtrer l'air évacué. Le grain est admis dans la chambre de broyage, soit par gravité, soit par aspiration.

Quelques accessoires sont indispensables : régulateur de débit (manuel ou électronique), épierreur, aimant.

La finesse de la mouture a des conséquences sur :

- la digestibilité de l'aliment et donc sur les performances,
- les problèmes sanitaires : une mouture trop fine entraîne des ulcères et aggrave la constipation,
- les problèmes d'appétence,
- les poussières,
- la stabilité des mélanges.

La finesse de mouture (granulométrie) à recommander est variable selon les animaux destinataires (espèce, stade,...) mais aussi peut être selon la céréale. La granulométrie est conditionnée par la dimension des trous de la grille et son usure et la vitesse de rotation des marteaux,... (remarque : plus la grille est usée, plus la mouture est fine et hétérogène.)

Les broyeurs à rouleaux, différents des aplatisseurs, réduisent le grain par écrasement ou plutôt par cisaillement entre 2 rouleaux à cannelures. La finesse de la mouture, liée à l'écartement des rouleaux ne peut se comparer à celle d'un broyeur à marteaux. Ce type de mouture contribue à réduire fortement la fréquence d'ulcères des porcs charcutiers, et les problèmes de constipation sur les truies. Le débit des broyeurs à rouleaux est nettement supérieur à celui des broyeurs à marteaux, et la consommation d'énergie nettement inférieure. En revanche, ils sont plus chers à l'achat, et leur entretien est plus coûteux.

- *Le mélange :*

L'objectif du mélange est d'apporter dans la ration, à chaque animal et à chaque repas, tous les constituants de l'aliment, dans les mêmes proportions que celles de la formule établie, même si la prise de nourriture est faible (10 g pour un poussin d'un jour). Il convient donc de bien mélanger ensemble tous les produits incorporés dans l'aliment, aussi faible que soit leur taux d'incorporation.

Les mélangeuses verticales ou horizontales sont les plus utilisées en fabrication fermière et ces dernières tendent à se généraliser. D'autres types de mélangeuses sont aussi proposés : les semihorizontales, les coniques, les mélangeuses inclinées à tabliers ou à vis. Dans de nombreux élevages de porcs à l'engrais, en particulier dans le cas d'utilisation de maïs humide, les machines à soupe assurent le mélange.

Les mélangeuses horizontales : Le mélange intime se fait par rencontre des courants droite/gauche et gauche/droite auxquels s'ajoute un mouvement tournant communiqué par la partie mobile. Cette partie mobile est constituée d'un rotor de gros diamètre et de deux paires de spires (rubans) concentriques. Les spires situées sur un même niveau sont décalées de 180°.

La tolérance du ruban au fond doit être uniforme.

Les mélangeuses utilisées pour la FAF sont de classe 2, c'est à dire de cote 5 à 10 mm (espace entre la spire la plus éloignée du rotor et le fond de la cuve). La capacité des mélangeuses est en général de 1 000 kg (2 000 litres), mais pour un remplissage optimum, la grande spire ne doit pas être recouverte par l'aliment. Elle doit fonctionner au minimum au tiers de sa capacité.

Un temps de mélange de 5 minutes paraît suffisant. Certaines machines sont équipées d'un inverseur pour changer le sens de rotation des spires afin d'assurer un meilleur mélange (surtout pour éviter l'accumulation d'un produit à un bout ou à un autre). Elles sont considérées comme plus fiables que les verticales, surtout dans le cas de forts taux d'incorporation de produits cellulosiques : son,...

Ces mélangeuses peuvent être utilisées pour le maïs humide, jusqu'au taux de 70 %, mais à condition de ne pas démarrer en charge.

Elles ont une bonne aptitude à mélanger les petits produits jusqu'à un taux minimum de 1 %, mais ils doivent être incorporés en fin de remplissage.

Les mélangeuses verticales : Le type le plus courant est à trémie inférieure et vis sous tube. Mais il existe des variantes avec trémie supérieure et vis en fosse, vis remontante non tubée...

Le principe du mélange repose sur la remontée de l'aliment par la vis centrale. La capacité de ces mélangeuses varie entre 500 et 8 000 litres (soit environ 4 tonnes). En général, les ateliers fermiers sont équipés de mélangeuses verticales de 1,5 à 3 tonnes. Le niveau de remplissage optimum se situe environ à 25 - 30 cm du haut de la cuve : ce qui traduit la phrase entendue sur le terrain disant "il faut entendre l'aliment frapper les parois en retombant".

Le temps de mélange est fonction de la capacité de la mélangeuse et de son taux de remplissage. Les constructeurs conseillent en général des temps de mélange de 20 à 25 minutes et 5 minutes en plus par capacité supplémentaire de 500 kg.

Il est conseillé de prévoir une vidange rapide (10 minutes).

Les mélangeuses verticales ont un bon rapport prix/volume (90 % contre 50 % pour les horizontales) et un bon rapport prix/organe moteur (il n'agit que sur environ 10 à 20 % de la masse contre 100 % de la masse pour les horizontales). Cependant la cadence de production de ces mélangeuses est lente. De plus, les produits humides sont mal mélangés (le maïs humide ne doit pas être incorporé à plus de 30 % et la mélasse 2 %), ainsi que les produits cellulosiques. Il est recommandé de ne pas descendre à des taux d'incorporation de petits produits inférieurs à 3 %. En dessous, un prémélange semble indispensable. Après son incorporation dans le bac situé au pied de la mélangeuse, il est conseillé de recycler un peu d'aliment pour une bonne remontée de tout le prémélange.

D'autre part il y a un risque de démélange en cours de brassage, surtout en fin de vidange.

La mélangeuse conique (NAUTA) : elle est constituée d'une vis mobile, fixée sur un bras horizontal articulé, tournant sur elle-même, sur tout le pourtour d'une cuve conique. Elle est considérée comme une des mélangeuses réalisant les mélanges les plus homogènes, mais son coût est élevé. Le temps de mélange est équivalent à celui d'une mélangeuse horizontale.

II.4- ASPECTS ECONOMIQUES

La mise en place d'un atelier FAF nécessite des capitaux pour financer les équipements et les stocks de matières premières. Fabriquer son aliment entraîne un coût de fonctionnement et des charges de main d'œuvre. Cette technique ne doit pas dégrader les performances et elle ne se justifie que si elle améliore la rentabilité de l'élevage. Elle ne doit pas fragiliser la gestion de l'élevage mais, au contraire, lui apporter une plus grande sécurité.

II.4.1- Investissements

Le niveau des investissements est très variable, en relation avec la taille de l'élevage, l'autonomie de stockage des matières premières, le degré d'automatisation. Si l'investissement se limite à un équipement de broyage-mélange installé sous un hangar existant, l'investissement peut être voisin de 15 000 euros. En revanche, pour des ateliers de grande capacité (1000 à 3000 tonnes par an), il peut dépasser 120 000 francs. Pour des tonnages moyens de 500 à 1000 tonnes par an, il se situe - en 1996 - dans la fourchette de 45 000 à 90 000 euros. Si l'on estime que l'investissement actuel correspondant à une truie en naisseur-engraissement atteint 3 800 à 4 500 euros, cela signifie qu'un atelier FAF représente un coût d'investissement correspondant à celui de 10 à 20 truies naisseur-engraisseur.

Dans le cas d'exploitations céréalières, il faut distinguer 2 ateliers : d'une part l'atelier de stockage des céréales, d'autre part l'atelier de fabrication d'aliment. Une partie des investissements est donc affectée à l'atelier céréales et, dans ce cas, la cession des céréales à l'atelier élevage est réalisée au fur et à mesure des besoins et au cours du jour.

II.4.2- Rentabilité :

La rentabilité est le premier argument qui motive la mise en place d'un atelier FAF. Elle dépend de nombreux facteurs : taux d'auto-provisionnement en céréales, compétitivité de l'aliment industriel selon les régions, niveau d'investissement lié à la FAF, efficacité de l'éleveur pour la gestion des approvisionnements, etc.

Pour de nombreux élevages, la rentabilité d'un projet d'atelier FAF peut être posée en ces termes : pour un même investissement, est-il préférable de réaliser un atelier FAF ou d'augmenter le cheptel ? Ainsi, dans le cas d'un élevage de porcs, selon les bases mentionnées dans le paragraphe sur l'investissement, il convient de comparer l'augmentation de marge nette liée à l'élevage de 15 à 20 truies supplémentaires. Prenons l'exemple d'un élevage de 150 truies naisseur-engraisseur, soit une consommation annuelle de 1000 tonnes d'aliment, pour estimer l'intérêt de la FAF :

Investissement FAF = 75 000 euros, équivalent à 20 truies naisseur-engraisseur Hypothèse de marge nette par truie et par an : 300, 450, 600 euros

Gain FAF (cts/kg aliment)	0.3	0.6	0.9	1.2	1.4
Gain annuel (euros)	3000	6000	9000	12 000	14 000
Marge nette des 20 truies supplémentaires :					
300 -> 6000	-	=	+	+	+
450 -> 9000	-	-	=	+	+
600 -> 12 000	-	-	-	=	+

On peut ainsi déduire quelle est l'affectation la plus rentable du capital à investir, en fonction des gains prévisibles par kg d'aliment et des hypothèses de marge nette par truie.

II.4.3- Performances :

A partir des résultats de gestion technico-économique, l'ITP a réalisé des comparaisons entre l'échantillon des élevages FAF (+ de 80 % de l'aliment fabriqué sur l'exploitation) et l'ensemble des élevages en GTE.

Ainsi, pour l'année 1995, les valeurs obtenues pour la plupart des paramètres sont comparables :

	Ech. FAF	Ech GLOBAL
Nombre d'élevages	209	2292
Nombre de truies par élevage	133	132
Nombre de porcs produits/truie/an	18,1	18,2
IC global	3,16	3,16
IC post-sevrage (7-25 kg)	1,76	1,68
IC engraissement (25-105 kg)	2,85	2,9
GMQ post-sevrage (7-25 kg)	434	429
GMQ engraissement (25-105 kg)	740	728
Pertes et saisies en post-sevrage	2,5	2,3
Pertes et saisies en engraissement	3	3,4
Taux de muscles (%)	56,1	56,3
Plus-value moyenne/kg carcasse (F)	0,82	0,82

Les faibles différences constatées au niveau des indices de consommation peuvent être liées à des concentrations énergétiques moyennes différentes entre aliments fermiers et aliments industriels.

II.4.4- Main d'œuvre :

Toutes les enquêtes de terrain auprès des éleveurs de porcs situent le temps moyen de fabrication à 20 minutes par tonne fabriquée, pour des tonnages annuels moyens de 800 à 1000 tonnes par élevage. Le temps de fabrication est très variable d'un élevage à l'autre, car étroitement lié au niveau d'automatisme et à la cohérence de l'atelier.

On peut toutefois donner les repères indicatifs suivants :

Minutes par tonne	Niveau d'automatisme	% vrac
moins de 10 mn	entièrement automatisé	95% et plus
20 mn	partiellement automatisé	90 à 95%
40 mn	peu automatisé	70 à 85%
plus de 60 mn	aucun automatisme	moins de 60%

En Gestion Technico-Economique Tableau de Bord (GTE-TB), le temps de travail est estimé à 1, 2 ou 3 fois le SMIC, au choix de l'éleveur. Dans les ateliers peu mécanisés, le poste "main d'œuvre" peut représenter une part importante du coût de fabrication, jusqu'à 1/3 de celui-ci. Le temps de travail varie selon le tonnage produit par atelier.

Tonnage actuel	Temps en minutes par tonne
moins de 800 tonnes	26 plus ou moins 9
800 à 1200 tonnes	16 plus ou moins 6
plus de 1200 tonnes	14 plus ou moins 7

II.4.5- Coût de fabrication :

On distingue 6 postes :

- amortissements et frais financiers liés aux investissements
- énergie
- entretien
- gestion de l'atelier
- freinte
- main d'œuvre.

Plusieurs enquêtes et les bilans périodiques de GTE situent en moyenne le coût de fabrication à 1,5 euro/q : GTE-TB national 1995 sur 112 élevages. Les variations sont très importantes et se situent en général entre 0.7 et 2.1 euros/q.

Le coût de fabrication est peu dépendant du tonnage annuel produit, dans la mesure où les équipements sont adaptés à chaque taille d'atelier (GTE-TB Poitou-Charentes, 1994) :

1 00 à 3 00 tonnes/an 1,72 euros/q
 300 à 500 1,67
 500 à 800 1,76
 plus de 800 1,7

"Fabriquer" son aliment est une technique relativement simple, accessible pour tout éleveur. Elle consiste à "PESER + BROUER + MELANGER". Ces trois étapes ne font appel à aucune technologie de "haut niveau". Les équipements nécessaires pour les réaliser reposent toujours sur les mêmes principes de base ; aucune révolution "technologique" n'a eu lieu et ne remet en cause les équipements utilisés jusqu'à présent. Les principales améliorations apportées sont le développement des automatismes, le pesage par plateau à jauges de contrainte, la moindre pénibilité liée à la généralisation du "vrac".

Il est toutefois nécessaire d'approfondir les aspects granulométrie et qualité des mélanges, tout en restant dans les limites du "raisonnable", c'est-à-dire en se limitant à ce « qu'exigent » les animaux et qui se manifeste à travers leurs performances. Il convient de rester prudent face à toute sophistication non justifiée.

Il n'y a pas de tonnage minimum ou maximum pour "fabriquer". Tous les constructeurs proposent différentes gammes de matériel adapté à chaque taille d'élevage : moindres capacités, moins d'automatismes... pour des tonnages annuels réduits. Ces petits équipements restent tout aussi fiables.

La fabrication d'aliment à la ferme ne correspond pas à un modèle réduit par rapport à ce qui est mis en œuvre dans le secteur industriel. Le modèle est différent et plus simple : faible nombre de matières premières et de formules réalisées, pas de stocks intermédiaires de matières premières broyées, pas de graisses ni de mélasse... En fabrication fermière, d'autres voies se sont développées ; elles s'avèrent très performantes : ensilage de maïs grain humide, et à présent l'inertage, permettant l'économie de séchage, utilisation directe de co-produits liquides permettant l'économie de la déshydratation, développement des machines à soupe assurant à la fois mélange et distribution...

Il n'est pas nécessaire d'être "nutritionniste" pour "fabriquer". Les caractéristiques des matières premières et les besoins nutritionnels des animaux reposent sur un nombre de contraintes et de nutriments limités (énergie, acides aminés, cellulose, taux limites d'incorporation). Tous ces éléments sont à présent à la disposition des éleveurs. Les éleveurs-fabricants bénéficient de services techniques importants pour formuler leurs aliments : fournisseurs de compléments, techniciens des différentes organisations professionnelles... Il ne faut pas oublier que la fabrication à la ferme repose en général sur l'utilisation d'un nombre de matières premières limité : céréales, pois, tourteau de soja...

"Fabriquer à la ferme" ne doit pas être une fin en soi. Pour tout projet, une étude de rentabilité s'impose. Si, dans le cas d'autoconsommation des céréales produites sur l'exploitation, la rentabilité de la FAF est en général assurée, dans le cas contraire, il faut bien analyser le contexte, assez variable selon les régions. L'évolution importante de la compétitivité dans le secteur industriel, en particulier en Bretagne, et l'augmentation du tonnage d'aliment consommé par élevage, permettant de négocier des contrats d'achat à meilleur prix, sont deux aspects très importants à considérer dans l'étude de rentabilité.

III- ASPECTS REGLEMENTAIRES

III.1- La législation visant l'utilisation d'additifs dans l'alimentation porcine

La physiologie du porc, impose la présence de certains éléments (acides aminés essentiels par exemple) dans l'alimentation en très petite quantité (de l'ordre du ppm) et parfois dans des proportions très précises (rapport LYS/TRY par exemple). La production de ces animaux en mode intensif nécessite aussi l'addition de certaines substances dans des normes réglementées (facteurs de croissance, conservateurs ...) : les additifs.

III.1.1- Définition

La directive du conseil 70/524/CEE du 23/11/1970 établit une définition des additifs comme : « les substances ou les préparations contenant des substances, autres que les pré-mélanges, qui, incorporées aux aliments des animaux, sont susceptibles d'influencer les caractéristiques de ces aliments ou la production animale. » On peut alors faire la différence entre additifs « zootechniques » et « nutritionnels » pour les produits qui sont incorporés dans la ration de base afin d'agir sur la physiologie animale et additifs « technologiques » pour ceux ayant une ou des influences sur les caractéristiques de l'aliment.

III.1.2- Les nécessités d'une réglementation

Cependant l'incorporation de certains produits dans les aliments des animaux ,et notamment le porc, destinés à la consommation humaine, pouvant posséder des propriétés pharmacologiques pose le problème de la sécurité des consommateurs et nécessite que soient fixées les conditions de leur utilisation. En effet, il est indispensable qu'ils ne puissent exercer d'effets nocifs sur les animaux, mais surtout sur l'homme. Des accidents dus à la toxicité du produit ou de ses métabolites peuvent se manifester, en particulier à long terme, par effet cumulatif des doses absorbées. Des effets allergènes, cancérigènes ou tératogènes sont toujours à redouter chez l'homme ingérant de telles substances même en quantité infime. D'autre part, les populations microbiennes acquièrent une résistance à certains additifs, en particulier aux antibiotiques, ce qui risque de rendre ces derniers inefficaces en thérapeutique humaine.

III.1.3- La réglementation

La réglementation a été mise en place dès le début de l'utilisation des additifs dans l'alimentation animale en 1960. Mais l'évolution scientifique avec l'apparition de nouveaux additifs et la mise en place de méthodes de contrôles de plus en plus efficaces, ainsi que le recul vis à vis de l'emploi de ces substances, a nécessité une remise en question permanente de la législation concernant la production, la commercialisation et la distribution des additifs ainsi que celle concernant les prémélanges les contenant. Tout ceci visant à assurer une meilleure protection de la santé humaine et animale.

Pour être homologué, et être inscrit à la liste des additifs (selon le principe de la liste positive), un additif doit être autorisé au niveau national puis européen pour donner lieu à un arrêté national par le ministère de la santé (directive du Conseil 87/153/CEE du 16 février 1987-JOCE du 07/03/87).

L'arrêté du 13 février 1992 [13] fixe la liste et les conditions d'incorporation des additifs dans les aliments destinés aux animaux. Cet arrêté a été modifié de nombreuses fois depuis.

Si l'homologation permet à un additif d'avoir l'autorisation de circuler sur le marché, la législation oblige un contrôle de l'identité des additifs. Les points les plus importants de ce contrôle sont la vérification du respect de critères de pureté bien définis et une description détaillée de la préparation suivant une monographie établie dans la directive 87/153/CEE.

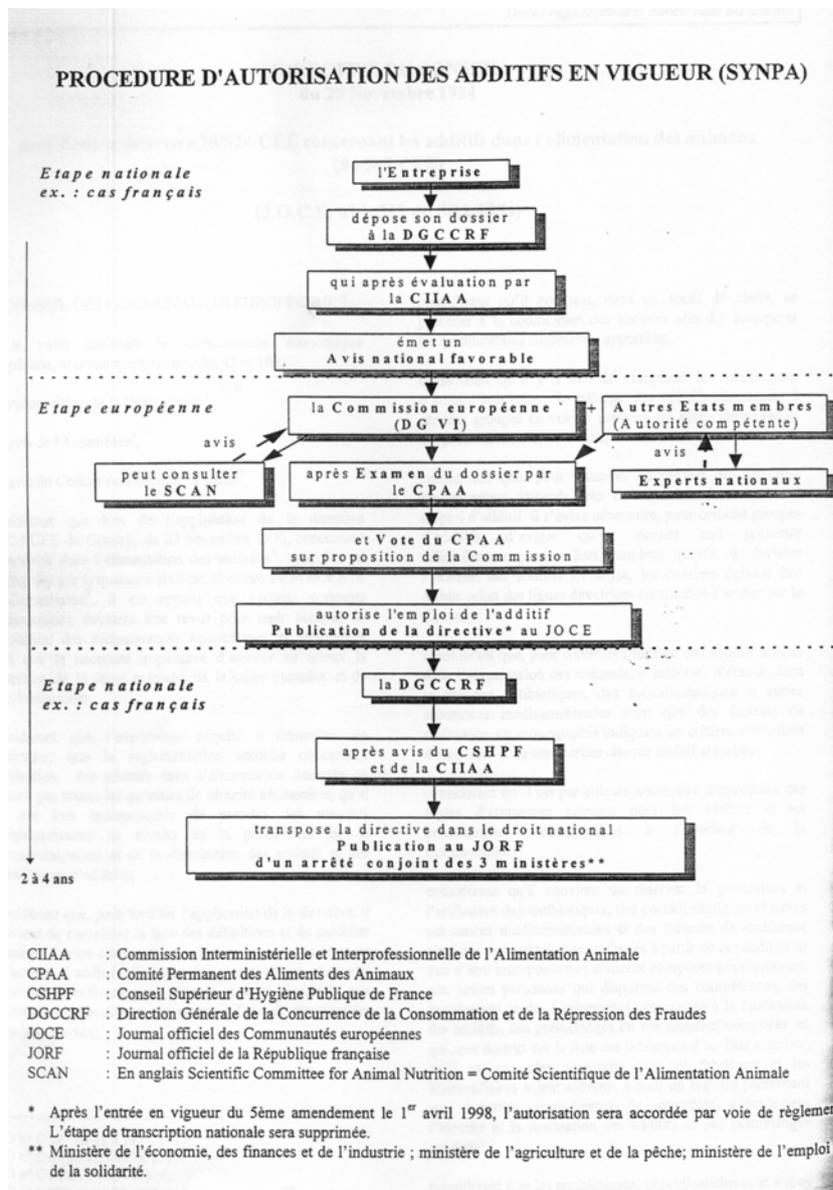


Schéma N°10 [Procédure d'autorisation des additifs en vigueur, SYNPA, 1998] [36]

Cette même législation prévoit que la production et l'utilisation de ces additifs, ainsi que des prémélanges les contenant, soient réservées aux seules personnes physiques et morales qui disposent des installations et des équipements appropriés. Tous les maillons de la chaîne de distribution des additifs doivent être enregistrés et agréés en tant que tels auprès des services préfectoraux. L'enregistrement et l'agrément sont légiférés par l'arrêté du 28 février 2000 paru au J.O. numéro 52 du 2 mars 2000 [14]. L'application de ce texte aux industriels fabricants étant effective depuis 2001, elle n'est pas encore effectuée pour les éleveurs fabricants. A l'heure actuelle, si l'éleveur utilise des aliments minéraux (c'est à dire appartenant à la catégorie réglementaire des aliments) qu'il incorpore dans sa ration de base à un taux d'environ 3-8 %, selon les aliments, il n'a pas lieu d'être agréé. Alors que s'il utilise des prémix oligo-vitaminiques qu'il incorpore environ à 0,5 % (obligatoirement supérieur à 0,2 %) on considère qu'il utilise un prémélange et qu'il doit être enregistré ou agréé.

Remarque : La législation a mis également en place un règlement portant sur l'étiquetage des additifs, des prémélanges et des aliments complets.

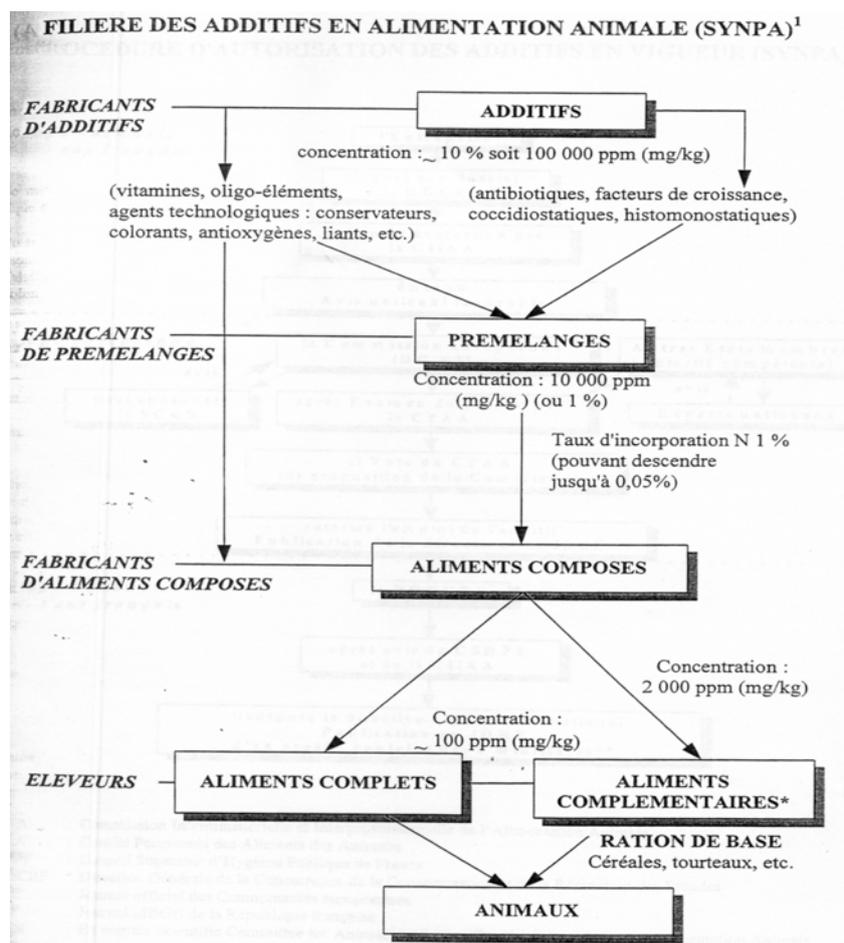


Schéma N° 11 : Les différents maillons de la distribution des additifs. [SYNPA, 1998] [36]

Une ration doit apporter au porc tout ce dont il a besoin pour se développer et produire de façon optimale. Cependant, elle peut aussi être un vecteur de substances curatives et/ou préventives et non plus uniquement nutritionnelles ou zootechniques comme dans le cadre des additifs : on parle alors d'aliment médicamenteux.

III.2- La législation visant la fabrication d'aliments médicamenteux à la ferme

III.2.1- Définitions

Les différentes substances médicamenteuses sont incorporées à des doses beaucoup plus élevées que dans le cadre des additifs. Ce sont donc les articles du code de la santé publique qui règlent cette pratique car elle correspond à l'utilisation de médicaments :

- Selon l'article L 5141-2 du code de la santé publique, on appelle « aliment médicamenteux », tout médicament vétérinaire constitué à partir d'un mélange d'aliment et de prémélange médicamenteux, présenté pour être administré aux animaux sans transformation dans un but thérapeutique, préventif ou curatif, au sens de l'alinéa premier de l'article L. 5111-1.

- La notion de prémélange médicamenteux, elle, est définie dans le même article : tout médicament vétérinaire préparé à l'avance et exclusivement destiné à la fabrication ultérieure d'aliments médicamenteux .

III.2.2- Réglementation

Pour la fabrication d'aliments médicamenteux, seuls peuvent être utilisés des prémélanges médicamenteux ayant obtenu une autorisation de mise sur le marché mentionnée à l'article L. 5141-5 ou une autorisation temporaire d'utilisation mentionnée à l'article L. 5141-10. L'aliment médicamenteux ne peut être délivré au public et administré à l'animal s'il ne répond aux conditions prévues ci-dessus.

Des conditions particulières de fabrication, d'importation, d'exportation, de prescription, de délivrance et d'utilisation sont applicables à l'aliment médicamenteux. Aucun prémélange médicamenteux ne peut être délivré au public ni administré à l'animal. Les prémélanges médicamenteux ne peuvent être délivrés qu'à un établissement autorisé en application de l'article L. 5142-2 pour la fabrication d'aliments médicamenteux ou à un éleveur pour la fabrication **extemporanée** d'aliments médicamenteux dans les conditions prévues à l'article L. 5143-3. En outre, pour être délivrés, ces prémélanges médicamenteux doivent avoir été prescrits et donc avoir fait l'objet d'une ordonnance en 3 exemplaires comme l'imposent l'article L 5144-1 et les décrets R 5146-51 et 52.

On entend par préparation extemporanée vétérinaire, tout médicament vétérinaire qui est préparé au moment de l'utilisation (article L 5143 du CSP). En outre cet article limite les ayants droit.

Seuls peuvent préparer extemporanément, détenir en vue de leur cession aux utilisateurs et délivrer au détail, à titre gratuit ou onéreux, les médicaments vétérinaires :

1° Les pharmaciens titulaires d'une officine ;

2° Sans toutefois qu'ils aient le droit de tenir officine ouverte, les vétérinaires ayant satisfait aux obligations du chapitre Ier du titre IV du livre IX du code rural leur permettant d'exercer la médecine et la chirurgie des animaux, lorsqu'il s'agit des animaux auxquels ils donnent personnellement leurs soins ou dont la surveillance sanitaire et les soins leur sont régulièrement confiés.

Cet article permet la préparation extemporanée des aliments médicamenteux, sous l'autorité d'un pharmacien ou d'un vétérinaire mentionné à l'article L. 5143-2, par un utilisateur agréé à cet effet par décret pris après avis de l'agence française de sécurité sanitaire des aliments. Mais une loi ordonnance d'avril 2001 [15] a simplifié cette pratique en n'imposant plus la présence du responsable de la fabrication de l'aliment médicamenteux (c'est à dire le vétérinaire ou le pharmacien) sur le site de fabrication si ce dernier s'est assuré de la capacité de fabrication de l'installation utilisée. Cette dernière doit avoir été agréée par le préfet sur proposition du DSV comme le stipule l'article R 5146-50bis du CSP. « *En vue de la préparation extemporanée des aliments médicamenteux dans les conditions prévues à l'article L. 610-1, les utilisateurs doivent disposer d'installations adaptées à cet usage, ayant reçu un agrément préalable accordé par arrêté du préfet du département où se trouve l'installation, sur proposition du directeur départemental des services vétérinaires. L'agrément ne peut être donné qu'aux installations permettant, dans les conditions de fonctionnement prévues par le constructeur, la réalisation d'un mélange homogène et l'élimination complète des lots préparés. Un arrêté des ministres chargés de l'agriculture et de la santé, pris sur proposition du directeur général de l'Agence française de sécurité sanitaire des aliments fixe les modalités de présentation et d'instruction des demandes ainsi que les*

spécifications techniques auxquelles doivent répondre les installations pour obtenir l'agrément susmentionné. »)

Dans l'attente d'un nouvel arrêté, c'est l'arrêté du 27 novembre 1985 qui définit les critères donnant lieu à l'homologation.

III.2.3- L'arrêté du 27 novembre 1985 [12]:

- Art 1 – pour obtenir l'agrément de leurs installations en vue de la fabrication extemporanée des aliments médicamenteux, les utilisateurs doivent justifier que celles-ci peuvent réaliser, dans les conditions normales de fonctionnement, un mélange homogène d'un prémélange médicamenteux autorisé, destiné à être incorporé à 0.5 % minimum dans l'aliment sans que, à ce taux de 0.5 %, aucune valeur de prélèvement ne soit inférieure à 0.45 % ou supérieure à 0.55 % pour plusieurs prélèvements (au minimum 10), pris à intervalle régulier au terme d'une fabrication.
- Art 2 – la preuve de la conformité de l'installation aux spécifications techniques prévues à l'article 1, incombe à celui qui demande l'agrément de son installation. Elle peut être apportée soit par la fourniture d'épreuves de contrôles mises en œuvre par l'installateur lorsqu'il a été procédé à de tels contrôles, soit par la mise en œuvre d'un test simple selon les modalités définies à l'article 1. Le compte rendu et les résultats d'épreuves seront joints à la demande d'agrément.
- Art 3 – Lors du contrôle des installations destinées à la fabrication des aliments médicamenteux, l'exactitude des matériels de pesage devra avoir été vérifiée.

Afin de faire respecter tous ces articles, certains services vétérinaires départementaux ont défini les différentes pièces nécessaires à l'élaboration d'un dossier de demande d'homologation de leur fabrique d'aliment [16]:

- Demande d'agrément d'installation en vue de la préparation extemporanée d'aliments médicamenteux, avec identification précise du demandeur, du propriétaire, du signataire et la localisation de l'installation.
- Plan coté et légendé des locaux utilisés pour la préparation.
- Descriptif du matériel utilisé pour le stockage, la pesée, le mélange, des précautions prises pour assurer l'homogénéité du mélange et l'élimination complète des lots préparés.
- Liste indicative des prémélanges susceptibles d'être utilisés.
- Compte rendu (mode opératoire et résultats d'analyse) d'une épreuve d'homogénéité réalisée dans les conditions prévues à l'article 1 de l'arrêté du 27 novembre 1985.
- Identité et adresse de (des) prescripteur(s) habituel(s) et du vétérinaire ou du pharmacien habituel, responsable de la fabrication.
- Nature et nombre des animaux destinataires.

Par ailleurs les documents suivants devront pouvoir être présentés lors de visites de contrôle :

- Les procédures de fabrication signées par le responsable,

- Un registre de fabrication visé et daté par le responsable, comprenant les références de l'ordonnance,
- Les ordonnances jusqu'à la fin du temps d'attente.

La ration de chaque porc doit satisfaire les besoins nutritionnels, mais les recherches zootechniques et pharmaceutiques ont permis de la compléter avec des additifs pour optimiser les capacités de production de l'animal ou avec des médicaments pour le soigner. Cette ration n'est donc plus un simple aliment mais un vecteur que la législation a encadré. Mais même si, sur le papier, la ration respecte les normes imposées par la loi, il ne faut pas oublier que chaque élément est apporté de façon séparée pour être ensuite mélangé et former ainsi l'aliment complet. Le mélange et sa qualité représente donc la phase à risque de la fabrication de l'aliment. En effet, si un animal suite à un mauvais mélange reçoit, par le biais de sa ration, un excès de substance médicamenteuse, on peut avoir un dépassement de la L.M.R. voire une toxicité, de même que s'il ne reçoit pas assez de la dite substance, l'effet escompté ne sera pas obtenu. C'est pourquoi une étude approfondie du **mélange** est nécessaire...

IV- TECHNIQUES D'APPRECIATION DU MELANGE

IV.1- Définition

Le mot mélange recouvre deux notions :

- il s'agit d'abord d'une masse de matière dans laquelle se répartissent un certain nombre d'éléments de textures ou de compositions différentes.
- en second lieu, il s'agit de l'opération par laquelle, à partir de matières premières initiales, individualisées, on arrive à former un produit final dont la composition reflète celle des composants dans leur proportion respective. Pour cela, il est nécessaire d'appliquer une énergie à une masse hétérogène d'ingrédients, afin de modifier l'arrangement des particules et obtenir une masse plus homogène [27] .

Notre étude s'intéresse à la qualité du mélange défini par la première notion et à la technique relative au mélange défini dans le second temps.

Le mélange des matières premières a pour but d'apporter à chaque repas et à chaque animal une quantité précise de chacun des nutriments.

Il est important de bien se rendre compte des conséquences que peut avoir un mauvais mélange :

- perturbations digestives (diarrhées sur porcelets en cas de teneur en matière azotée trop importante, troubles graves sur les animaux en cas d'excès de sel).
- problèmes d'appétence : un manque de tryptophane par exemple diminue fortement la consommation de l'aliment.
- moindre efficacité des suppléments : chaque animal doit recevoir une dose bien précise du produit administré, même si elle intervient pour une toute petite part dans le mélange en comparaison des autres matières premières apportées.

Si l'on s'en tient aux performances zootechniques pures, des essais ont été conduits afin de voir s'il était possible, pour simplifier le travail, de distribuer en alternance un repas azoté et un repas énergétique (avec le maïs en particulier). Ces essais, réalisés par l'AGPM et l'INRA, montrent la nécessité de mélanger les matières premières.

On rencontre l'idée chez certains éleveurs et certains techniciens, bien conscients de ce que l'on a évoqué précédemment, que s'il existe une erreur de mélange lors de la fabrication celle-ci se compense d'un repas sur l'autre pour un animal donné. Cependant, rien n'a jamais été prouvé sur la base d'un tel raisonnement, d'autant plus que la façon la plus rationnelle d'obtenir un aliment bien mélangé dans l'auge, c'est de le fabriquer tel qu'il soit bien mélangé dès la sortie de l'atelier de fabrication !

IV.2- Elaboration du mélange [27]:

On distingue différents mécanismes d'élaboration du mélange :

- **mélange par convection** : il y a transfert de groupes de particules d'un endroit à l'autre de la masse. Ces mouvements développent des surfaces de contact entre les divers composants et réalisent le mélange à grande échelle.

- **mélange par diffusion** : les particules se répartissent sur une surface nouvellement créée (mélangeurs à cuve tournante) : il s'agit d'un mouvement individuel des particules assurant le mélange à petite échelle, souvent utilisé dans les approches théoriques.

- **mélange par cisaillement** : le mélange s'effectue par glissement des couches de particules selon différents plans au sein de la masse (mélangeurs à mobile tournant). Il peut être considéré comme une combinaison des 2 actions précédentes, mais nécessite, pour être observé, une action mécanique spécifique sur le milieu particulaire.

On a aussi le mélange par impact et le mélange par fluidisation, mais tous ces mécanismes coexistent en général, l'un ou l'autre prédominant selon le type d'appareil utilisé.

IV.3- Paramètres du mélange [28]

L'élaboration du mélange est lié aux types de mélangeurs utilisés, à leur mise en œuvre et aux caractéristiques physiques des composants (Campbell et Bauer, 1966). Pour ce qui est du type de mélangeur et de sa mise en œuvre, il faut se rapporter aux fiches techniques du constructeur, mais concernant les caractéristiques physiques des composants, on distingue :

- **taille des particules** : un mélange sera d'autant plus homogène, que le rapport des tailles de ses différentes particules est voisin de 1 [30]. Lorsque ce rapport s'élève, l'hétérogénéité croît proportionnellement au rapport des diamètres élevés à la puissance 3. Il apparaît utile de ne pas exagérer la finesse des micro-éléments car presque tous les produits perdent leur stabilité à être trop divisés. Il existe une corrélation entre la stabilité du mélange et la surface exposée de la particule par unité de poids.

- **forme des particules** : l'homogénéisation est plus lente et moins bonne si l'un des composants du mélange est constitué de particules de forme longue. Pourtant, si l'on prend en considération, non pas le diamètre minimum de la particule longue, mais le diamètre équivalent d'une particule sphérique de même poids, la relation précédemment définie reste valable. C'est en fait le rapport des volumes des particules des différents composants qui conditionne l'efficacité du mélange [6].

- **densité des particules** : l'incorporation de particules de densités très différentes montre que lorsque le rapport des densités ne dépasse pas 2 (voire 3), l'influence du

facteur densité est faible et peut être négligé [6]. Toutefois la densité des minéraux est de l'ordre de 2,1 à 2,2 contre 0,5 à 0,6 pour les antibiotiques [30] et environ 0,5 – 0,7 pour les céréales.

- **humidité et état de surface** (ces 2 critères sont souvent liés) : à humidité élevée, les particules tendent à s'agglomérer (un angle de talus plus important et une action de cisaillement plus énergique du mobile d'agitation sont alors nécessaires).

Lorsque ces différents paramètres ne sont pas bien conjugués, apparaissent des difficultés à la réalisation d'un bon mélange, c'est à dire d'un mélange homogène et conforme.

IV.4- Homogénéité et conformité [38]

IV.4.1- Conformité

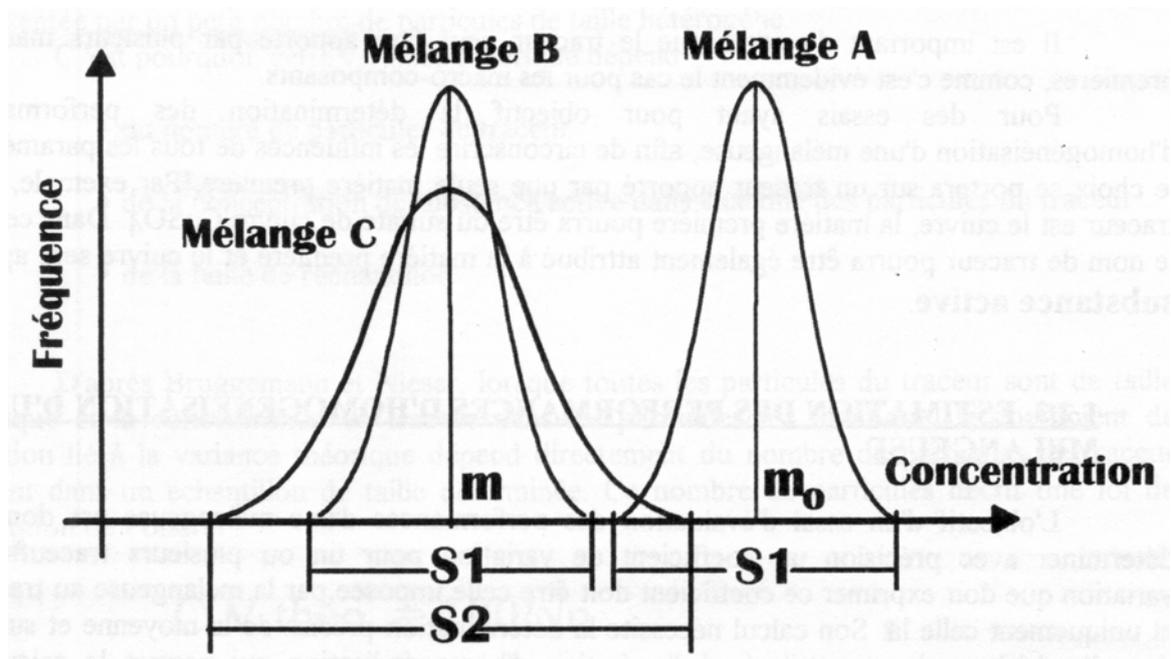
En alimentation animale, la conformité correspond au respect de la formule conçue par le nutritionniste. Chaque animal (aussi petit soit-il) doit recevoir chaque substance dans la concentration prévue (cf tableaux 1 à 4) par la formule. La présence d'une substance non désirée dans la formule (on appelle cela une contamination) ou l'incorporation d'une substance prévue en quantité inférieure ou supérieure sont des erreurs de conformités.

IV.4.2- Homogénéité

L'homogénéité d'un mélange est appréciée par la répartition des concentrations des différentes substances en différents points du mélange autour de la concentration moyenne de ces substances. Il est toutefois intéressant de préciser que le terme « d'homogène » ne s'applique, au sens strict, qu'à des solutions et, à la limite, à des systèmes colloïdaux et à des suspensions. Il n'est pas valable pour des mélanges granuleux, dans lesquels il est possible de distinguer, même par un examen superficiel, des particules de composition différente. Le terme d'homogène signifie, dans notre cas, que tous les éléments d'un mélange dosés quantitativement doivent être présents dans un certain poids de produit à des taux le plus proche possible du taux moyen de ces éléments : il s'agit donc d'une notion relative (l'expression homogène devrait être obligatoirement complétée par l'indication dans plus de 5, 10, 100 ... g).

L'appréciation de l'homogénéité repose donc sur la mesure de la variation de teneur en un composant précis, à un instant déterminé, dans un certain nombre d'échantillons.

Les différences entre *conformité* et *homogénéité* sont illustrées dans l'exemple suivant :



Le mélange désiré par le nutritionniste est le mélange B, dans lequel on incorpore un traceur qui le caractérise. Un certain nombre d'échantillons sont prélevés en différents points du mélange B dans lesquels on a mesuré la concentration en traceur. On peut alors caractériser le mélange B par une concentration moyenne M et une répartition, appelée S1, des différentes mesures autour de M. S1 donne le degré d'homogénéité de B.

On ensuite veut reproduire la même formule. On fait alors deux nouveaux mélanges A et C dans lesquels on réintroduit le même traceur permettant de dégager les mêmes paramètres de la qualité du mélange : le mélange A est caractérisé par une moyenne M0 et une répartition S1 alors que le mélange C a une moyenne M et une répartition S2. La première constatation à faire est que les trois mélanges sont faits de la même quantité de matières premières (y compris le traceur) et qu'après mélange, on ne retrouve pas nécessairement la même quantité d'un des composants (ici le traceur) en tous points du mélange. Deuxièmement, le mélange A n'est pas conforme au mélange B, car ils n'ont pas la même moyenne alors qu'ils ont tous les deux la même homogénéité (traduite par une répartition des mesures égales). Pour C, on peut conclure qu'il est conforme à B, mais qu'il est moins homogène car $S2 > S1$.

Désormais, pour simplifier les explications et les analyses, lorsque nous mentionnerons l'homogénéité, celle-ci englobera la conformité. C'est à dire qu'un mélange sera dit homogène si la répartition des mesures est en dessous d'un certain seuil et centré sur la valeur moyenne attendue ou théorique. L'homogénéité est classiquement exprimée en terme de coefficient de variation, lui même fonction de l'écart type :

$$CV^1 = 100 * S/m = 100 * \sqrt{V} / m$$

Nous avons vu ce que l'on appelait l'homogénéité sur le plan théorique, voyons le maintenant sur un plan pratique.

IV.5- L'homogénéisation :

IV.5.1- Détermination des éléments de comparaison de l'homogénéisation

L'homogénéisation consiste à associer des matières premières préalablement dosées et réduites en fines particules, en les répartissant de façon uniforme dans la masse du mélange. Bruggemann et Niesar ont étudié les différents paramètres du mélange (énumérés précédemment) susceptibles d'avoir une action sur l'homogénéité de ce dernier afin de choisir un traceur permettant de qualifier cette homogénéité.

Si l'on traduit le mélange de particules solides en terme de probabilité, un mélange homogène va tendre à se rapprocher du mélange parfait. C'est à dire que la probabilité de trouver une particule d'un constituant doit être la même en tous les points du mélange. Pour étudier l'homogénéité d'un mélange, on peut par conséquent vérifier la présence d'un composant dans les proportions attendues en différents points du mélange. Ce composant, appelé traceur, a des particularités physico-chimiques qui lui sont propres et qui sont à considérer pour la suite. Afin d'estimer l'homogénéité d'un mélange, il faut déterminer avec précision un coefficient de variation pour un ou plusieurs traceurs. Cependant la variation que doit traduire ce coefficient doit uniquement être liée à celle imposée par la mélangeuse, alors que l'analyse des résultats du dosage d'un traceur dans les échantillons prélevés au cours d'un mélange permet de calculer la Variance totale. Mais cette variance totale est l'image de la variation liée à de nombreux

¹ CV : coefficient de variation – S : écart type – m : moyenne – V : variance

facteurs comprenant le facteur homogénéisation. C'est pourquoi Bruggemann et Niesar ont proposé d'écrire l'équation suivante :

$$V_{tot} = V_{théo} + V_{hom} + V_{trait} + V_{ana} + V_{res} \quad [6]$$

- $V_{théo}$ = variance théorique liée aux caractéristiques du traceur
- V_{hom} = variance homogénéisation liée à l'opération d'homogénéisation
- V_{trait} = variance traitement lié aux traitement de l'échantillon
- V_{ana} = variance analyse liée à l'erreur d'analyse au laboratoire
- V_{res} = variance résiduelle liée aux erreurs indéterminées

Il devient alors nécessaire de connaître la valeur des autres variances pour en déduire la V_{hom} , la seule traduisant réellement la capacité d'homogénéisation de la mélangeuse.

IV.5.2- Extraction de la variance théorique [6]:

Si l'on considère un mélange parfait de 10 boules noires et 90 boules blanches, il est nécessaire de prélever au moins 10 boules pour avoir la certitude d'avoir au moins une boule noire. Cet exemple illustre les limites de l'homogénéité d'un mélange, même supposé parfait. C'est ce que l'on appelle l'hétérogénéité minimum. Si l'on considère que les boules noires sont les particules du traceur et que l'homogénéité de la répartition du traceur dans le mélange est représentative de l'homogénéité du mélange dans son ensemble, on peut conclure que l'hétérogénéité minimum du mélange étudié est traduite par la variance minimum théorique de la distribution du traceur. L'expérience de Bruggemann et Niesar a permis d'exprimer le $V_{théo}$ en fonction du nombre de particules du traceur considéré

Les auteurs ont opté pour l'observation visuelle et non le dosage chimique pour chiffrer la répartition de leur indicateur qui est dans cet essai des grains de millet. Indicateur qu'ils ont mélangé avec un mélangeur à palette (mélangeur que l'on supposera effectuer des mélanges parfaits) dans de la farine basse de blé. 100 grains de millet ont été incorporés dans 1 kilo de farine. De ce mélange on prélève 20 échantillons de 10, 20, 50, 100, 500 et 1000 grammes. Comme on a accepté au préalable que le mélange était parfait, chacun des types d'échantillons devrait contenir 1, 2, 5, 10, 50 et 100 graines de millet. Après tamisage et comptage les résultats sont présentés de la manière suivante :

TABLEAU 1
Echantillons de 20 g - Nombre théorique de particules = 2

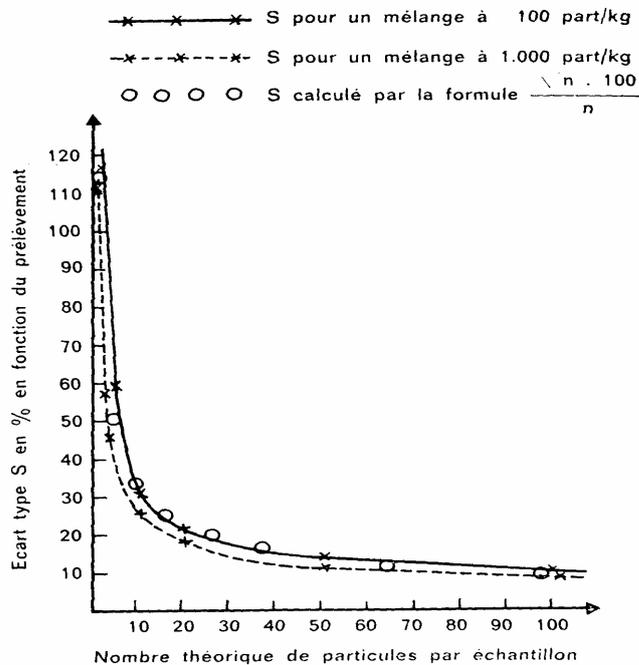
Echantillon No	Nombre de particules contenues	Ecart par rapport au nombre théorique = x	x ²
1	3	+ 1	1
2	3	+ 1	1
3	4	+ 2	4
4	1	- 1	1
5	3	+ 1	1
6	1	- 1	1
7	2	0	0
8	4	+ 2	4
9	3	+ 1	1
10	4	+ 2	4
11	1	- 1	1
12	1	- 1	1
13	2	0	0
14	0	- 2	4
15	1	- 1	1
16	1	- 1	1
17	3	+ 1	1
18	2	0	0
19	3	+ 1	1
20	1	- 1	1
Somme	43		29
Moyenne	2,15		

L'écart type de la répartition est :

$$s = \pm \sqrt{\frac{\sum x^2}{n - 1}} = \pm \sqrt{\frac{29}{19}} = \pm 1,24 = 57,4 \%$$

(n = nombre d'échantillons)

Ensuite la même expérience a été réalisée avec un mélange de 1000 grains de millet par kg de farine et des échantillons 10 fois plus petits pour vérifier si l'écart-type moyen était modifié par une variation du rapport entre le nombre de particules et le volume du mélange. Les résultats des deux expériences sont présentés dans la courbe suivante :



De ces deux manipulations, Bruggemann et Niesar ont conclu que l'écart-type, entre la valeur estimée du nombre de particules d'indicateur et le nombre de particules effectives lu après mélange, déterminée par la taille de l'échantillon, dépend du nombre de particules déduit des proportions du mélange, et non pas du volume de produit dans lequel est contenu ce nombre de particules.

L'allure de la courbe de l'écart-type exprimé en pourcentage, telle qu'elle est ici représentée, correspond approximativement à la fonction mathématique de la loi de Poisson.

Soit

$$S_{théo} = 100 * \sqrt{n} / n$$

[6]

(où n est le nombre théorique de particules de traceur dans l'échantillon d'aliment)

Mais il faut garder à l'esprit que cette mathématisation n'est valable que pour un traceur fait de particules de taille identique et de concentration en traceur dans chaque particule également identique.

$$\text{Si } S_{théo} = 100 / \sqrt{n} \text{ alors } V_{théo} = (100 / \sqrt{n})^2 \text{ et } C_{vthéo} = (100 / (m \cdot \sqrt{n}))^2$$

(où m est la teneur théorique de traceur dans l'aliment).

L'inconnue à mesurer est donc le nombre de particules de traceur présent dans un échantillon. Ce nombre peut être obtenu à partir du taux d'incorporation du traceur et du nombre de particules contenu dans un gramme de traceur. Comme les particules ne sont pas toutes de la même taille, la détermination de ce nombre de particules est réalisée à partir des fractions

massiques obtenues par des techniques d'analyses granulométriques. La masse volumique particulière du traceur permet alors de déterminer le nombre de particules de traceur correspondant à chaque fraction. Le nombre moyen de particules par gramme de traceur correspondant est alors obtenu en pondérant ce nombre de particules par fraction par le pourcentage de cette fraction [37]. Le tableau N° 11 détaille les différentes lignes de calculs permettant d'établir le nombre moyen de particules par grammes de traceur, élément clef de la détermination du nombre de particules de traceur par échantillon.

Fraction	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)
	Pourcentage d'additif par fraction	Volume d'une sphère de diamètre correspondant au tamis supérieur δ (cm ³)	Poids d'une sphère d'additif de diamètre (b)	Nombre de particule d'additif dans 1 g de chaque fraction de produit	Nombre de particule dans 1 g de produit en fonction du pourcentage de chaque fraction
		$b = \delta^3/6$	$\rho.b$	$1/c$	$d.a$
1	a_1	b_1	c_1	d_1	e_1
2	a_2	b_2	c_2	d_2	e_2
3	a_3	/	/	/	/
/	/	/	/	/	/
/	/	/	/	/	/
n	a_n	b_n	c_n	d_n	e_n
					$Z = \sum e$

Tableau N° 11 [TECALIMAN.- Mise au point d'une méthode de contrôle de la qualité des mélanges en F.A.F, 1995]

Le nombre moyen de particules/g de traceur est donné par Z. Le nombre de particules de traceur par échantillon s'obtient en appliquant l'équation suivante :

$$n = Z.ta.p \quad (\mathbf{p} : \text{masse de l'échantillon, } \mathbf{ta} : \text{taux d'incorporation du traceur}) \quad [38]$$

D'où

$$V_{\text{théo}} = (100 / \sqrt{(Z.ta.p)})^2 \quad [6]$$

Mais cette estimation ne tient pas compte de la variation de la concentration en substance active quelle que soit la taille des particules. La teneur en substance active est souvent inversement proportionnelle à la taille des particules.

Bruggemann et Niesar ont alors pondéré ces résultats par un facteur K, obtenu empiriquement pour prendre en compte la variabilité de la teneur en substance active selon la taille des particules.

Le CV calculé jusqu'alors était le CVmoy (coefficient de variation de la fraction moyenne), donc :

$$CV_{théo} = CV_{moy} + CV_{moy} \cdot K/100 \quad [38]$$

K peut être défini de la façon suivante :

Fraction	(a)	(d)	T	(h)	(e)	(x)	(xr)	(xr) ²
	% de l'additif sur chaque fraction	Nombre de particule d'additif dans 1 g de chaque fraction de produit	Teneur moyenne en traceur par gramme d'additif (Unité du syst. International)	Teneur en traceur par particule d'additif	Nombre de particule dans 1 g de produit en fonction du pourcentage de chaque fraction	Ecart de la teneur calculé à la teneur moyenne $t_m \cdot (x$ est en valeur absolue)	Réduction de x en xr en fonction du pourcentage de la fraction dans l'additif	Elévation de xr au carré
		cf. Tab. 1		$h=T/d$	cf. Tab. 1	$ t_m - h $	x.a	(xr) ²
1	a ₁	d ₁	T	h ₁	e ₁	x ₁	xr ₁	(xr) ₁ ²
2	a ₂	d ₂	T	h ₂	e ₂	x ₂	xr ₂	(xr) ₂ ²
3	a ₃	/	/	/	/	/	/	/
/	/	/	/	/	/	/	/	/
/	/	/	/	/	/	/	/	/
n	a _n	d _n	T	h _n	e _n	x _n	xr _n	(xr) _n ²
$Z = \sum e$								$\sum (xr)^2$

Tableau N° 12 [TECALIMAN.- Mise au point d'une méthode de contrôle de la qualité des mélanges en F.A.F, 1995]

$$K = \frac{\sum (xr)^2}{(N-1)} \cdot 100/t_m \quad [38]$$

(où N est le nombre de fractions séparées par tamisage).

Rq : dans le calcul de K, la teneur en substance active par particules de traceur est calculée à partir de la teneur moyenne dans l'additif en partant de l'hypothèse d'une répartition homogène

de cette substance dans l'ensemble des particules (ceci est valable pour les sels d'oligo-éléments, mais peu vrai pour les additifs composés d'un mélange de plusieurs produits).

Les travaux de Bruggemann et Niesar permettent donc de déterminer l'hétérogénéité minimale mesurable avec un traceur donné.

IV.5.3- La variance analyse :

Pour extraire la variance analyse, il faut réaliser deux prises d'essais au laboratoire à l'intérieur d'un même échantillon. L'obtention de deux résultats pour un même échantillon permet la réalisation d'une analyse de variance à un facteur (échantillon) avec répétition. Pour notre étude, il n'a pas été effectué d'analyse en double, c'est pourquoi nous avons utilisé les variances analyses données par le laboratoire pour la plupart des traceurs.

IV.5.4- Objectifs de qualité des mélanges

En pratique on utilisera une formule simplifiée pour le calcul de la Variance homogénéité :

$$V_{\text{tot}} = V_m + V_r$$

[38] (V_r = variance résiduelle)

(où $V_m = V_{\text{théo}} + V_{\text{hom}}$ et V_r peut être assimilée à V_{ana})

Il est utile de connaître la variance analytique des différents traceurs avant l'expérimentation afin d'éliminer ceux qui auraient une variance analyse proche ou supérieure à la variance totale maximale souhaitée, qui est de 10 %.

Le contrôle de l'homogénéité d'un mélange est obtenu par la mesure du coefficient de variation (CV) [30]. Les normes admises généralement sont de 10% [32]. Un CV de moins de 10% est généralement considéré comme un bon mélange [19] [4] [23].

Par ailleurs, nous avons vu que dans le cadre de la réglementation française concernant l'utilisation à la ferme de prémélanges médicamenteux, les conditions exigées par l'arrêté de 1985 pour l'obtention d'un agrément de l'atelier de l'éleveur prévoient un indice de mélange de 5 kg/tonne +/- 0.5 kg (4.5 à 5.5 kg), soit un CV de 10%.

Ainsi l'étude théorique du mélange montre que la variance totale ou variance mesurée (paramètre mathématique permettant de traduire l'homogénéité de la répartition du traceur dans la masse totale d'aliment) dépend des caractères physiques du traceur et du nombre de particules en comparaison avec ceux des composants de l'aliment. Il apparaît donc utile d'étudier les différents traceur et cette étude devrait concerner les caractéristiques intrinsèques (physique, chimique, analytique et comportemental) et extrinsèques (coût, faisabilité, répétabilité et reproductibilité) des traceurs, afin de dégager ceux présentant la combinaison optimale de ces paramètres et afin d'établir un protocole.

Et même si le traceur universel n'existe pas, il doit, au moins, satisfaire aux exigences suivantes :

- être incorporé à un taux relativement faible (quelques centaines de ppm)
- son dosage doit être précis en laboratoire, ce qui sous-entend une V_{ana} assez faible (soit inférieure à V_{hom} et surtout inférieure à 10 %)

- être autorisé par la législation et d'une parfaite innocuité.
- avoir un coût de traitement faible.
- ne pas être présent dans les autres matières premières de la formule.
- ne subir aucune modification au cours de l'opération étudiée.
- avoir une bonne aptitude théorique au mélange (taille, forme, densité des particules)

qui est traduite par une Vthéo faible et ce pour ne pas surévaluer l'hétérogénéité du mélange. Selon l'étude de Bruggemann et Niesar décrite précédemment, cette variance théorique est liée à l'échantillon, et ce par le nombre théorique de particules de traceur qu'il contient (cf IV.5.2). Ceci montre l'importance de l'échantillonnage.

IV.6- L'échantillonnage :

IV.6.1- Définitions [28]

Un échantillon est une quantité de produits constituant une unité et ayant des caractéristiques présumées uniformes. Il est représentatif du lot dans lequel il a été prélevé et dont on veut connaître certaines de ses caractéristiques. On distingue le prélèvement élémentaire (quantité prélevée en un point du lot), l'échantillon global (ensemble de prélèvements élémentaires effectués sur le même lot), l'échantillon réduit (partie représentative de l'échantillon global, obtenue par réduction de celui-ci) et l'échantillon final (partie de l'échantillon réduit ou de l'échantillon global homogénéisé).

Il est préférable de prélever les échantillons à la sortie de la machine, le plus près possible de cette dernière, en veillant à prélever la totalité du flux de vidange et à accentuer le rythme en début et en fin de vidange.

IV.6.2- Détermination de la taille et du nombre d'échantillons

Nous avons vu précédemment que les études de Bruggemann et Niesar établissent qu'il existe une relation entre la taille de l'échantillon prélevé et l'estimation de la variance du mélange. Cependant la taille de l'échantillon doit aussi être en rapport avec ce que reçoit le porc [27] [30]. En effet, la qualification d'homogène pour un mélange de particules solides doit être complétée par la mention : «dans au moins N kg d'aliment ». De plus Tecaliman (1995) a étudié l'évolution du coefficient de variation des mesures en augmentant le nombre d'échantillons. La conclusion de cette étude est que l'on note une baisse de la variation du coefficient de variation avec une progression vers une asymptote. Cette asymptote [38] semble obtenue vers le nombre de 10 échantillons pour des traceurs de la qualité du sulfate de manganèse. (Blumberg, 1953 et Moritz, 1980) [31]

IV.6.3- Matériel [28]

Les appareils destinés aux prélèvements doivent être construits en matériaux qui ne contaminent pas les produits à prélever (exemples):

- pelle à fond plat
- sonde à fente longue ou compartimentée
- échantillonneuse mécanique agréée.
- diviseur de laboratoire

Au terme de cette approche théorique, nous pouvons mettre en place une méthode permettant d'apprécier mathématiquement la qualité du mélange qu'est un aliment complet à la sortie d'une mélangeuse située dans une fabrique d'aliment à la ferme en élevage porcin. Ce qui aboutira au choix d'un traceur de l'homogénéité.

V- CHOIX DU TRACEUR

L'objectif de la thèse est d'étudier la répartition d'une substance dans un mélange fabriqué à la ferme dans une mélangeuse. Cette substance est appelé traceur. Cette nécessité technique a pour conséquence directe que l'homogénéité mesurée n'est que celle du traceur et ne peut être extrapolée sans risque d'erreur aux autres constituants du mélange (autres additifs, médicaments, ...)[37]. La répartition du traceur dans l'aliment n'est représentative que de lui-même et ne reflète pas nécessairement celle des autres composants.

Les critères de sélection suivants sont recommandés pour sélectionner le ou les traceurs d'homogénéité [17] [37] :

- Ils doivent être dosables par une méthode d'analyse précise, simple et d'un coût raisonnable.
- Ils doivent avoir des caractéristiques physiques proches des autres constituants de l'aliment.
- Ils doivent être absents des matières premières ou en concentration minimum par rapport à celle incorporée à l'aide du traceur.
- Ils doivent être incorporés à un taux semblable aux produits dont on souhaite contrôler la bonne diffusion (100 à 500 ppm).
- Ils ne doivent pas être détruits ou modifiés par les opérations réalisées entre leurs incorporations et le point de prélèvement.
- Ils doivent être autorisés par la législation.
- Ils ne doivent pas être toxique pour l'animal auquel est destiné l'aliment.

Cette étude permet d'analyser le comportement de 8 traceurs au cours de 5 mélanges successifs de mêmes formules.

V.1- Matériels et méthodes

V.1.1- Description des installations

Les tests ont été effectués en 1998 à l'atelier de fabrication d'aliment de la station ITP¹ de Villefranche de Rouergue (12).

Les plans de la station figurent en pages suivantes (3 schémas).

La mélangeuse utilisée est un mélangeur horizontal neuf (année 1997) de marque TOY modèle 2200 litres 7.5 CV (S.A. René TOY, 41 – Montoire). Un descriptif du mélangeur figure en pages suivantes (2 pages). Le mélange des matières est assuré par des spires « doubles » contrariées. La cuve de mélange est en forme d'auge d'une longueur de 2.15 m sur une hauteur de 1.20 m.

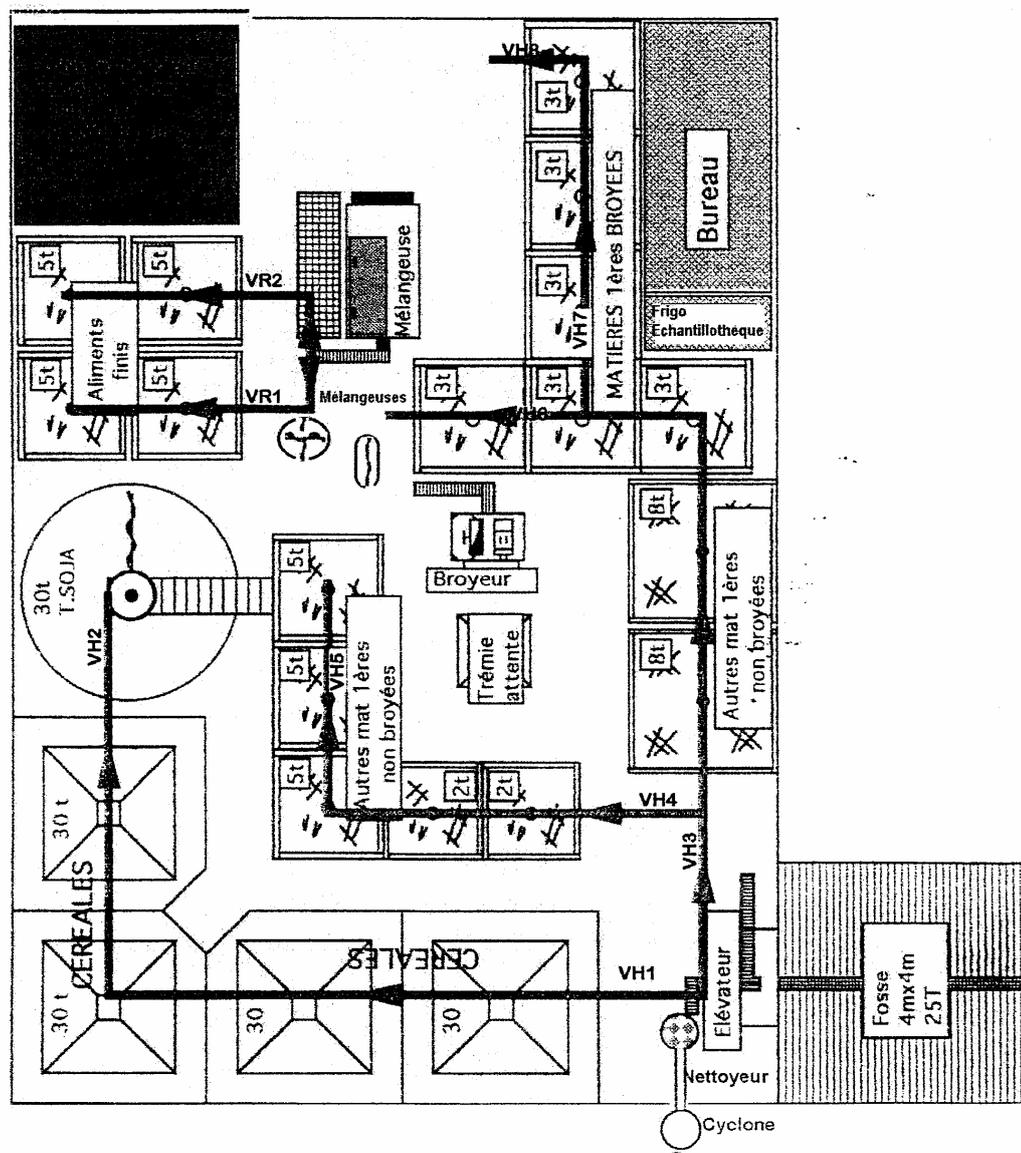
Le jeu entre le fond de cuve et la spire a été réglé grâce à la vis de réglage. L'évacuation du mélange est effectuée par la spire vers la trappe de vidange située en bout de cuve.

Le temps de mélange indiqué par le constructeur est de 3 à 4 mn.

La pesée des matières premières a été effectuée par 3 jauges de contraintes situées sous la mélangeuse.

¹ ITP : institut technique du porc

2.1 PLAN D'ENSEMBLE DU BATIMENT (Circuits de transfert)

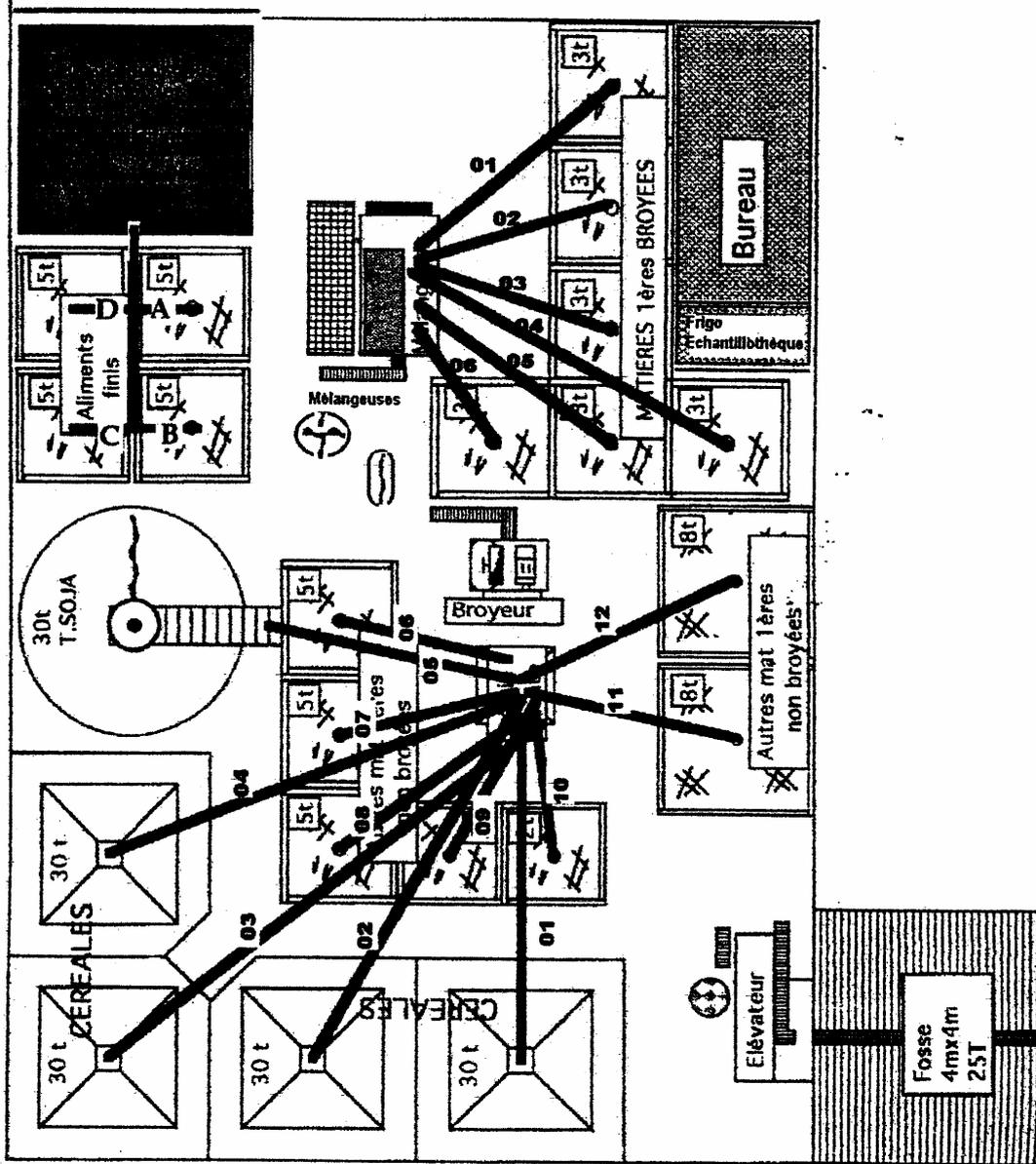


ECHELLE : 1/100°

ITP- Station d'expérimentation nationale porcine
Villefranche de Rouergue

Demande d'agrément pour la fabrication d'aliment
Arrêté du 28 février 2000

2.2 PLAN D'ENSEMBLE DU BATIMENT (Circuits de reprise)



ECHELLE : 1/100°

ITP- Station d'expérimentation nationale porcine
Villefranche de Rouergue

Demande d'agrément pour la fabrication d'aliment
Arrêté du 28 février 2000

MELANGEURS HORIZONTALS

TYPE

Domaine

MELANGEUR HORIZONTAL à double spires contrariées

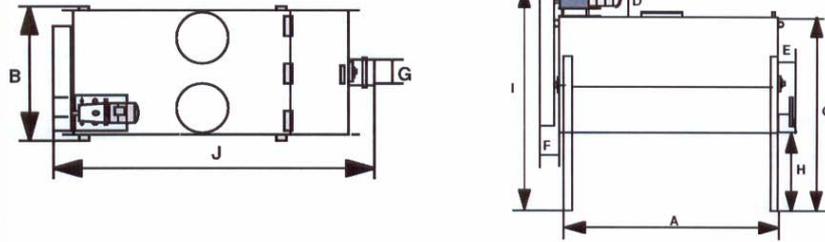
ELEVAGE



VOLUME	CAPACITE avec 0,6 densité	POIDS	Type STANDARD	Type RENFORCE prod. mélassés, maïs humide
			Puissance	Puissance
120 litres	65 kg	135 kg	1 CV	—
200 litres	110 kg	180 kg	1 CV	—
500 litres	280 kg	380 kg	2 CV	4 CV
1000 litres	500 kg	500 kg	4 CV	5,5 CV
1500 litres	800 kg	650 kg	5,5 CV	7,5 CV
2200 litres	1000 kg	1085 kg	7,5 CV	10 CV
3000 litres	1600 kg	1280 kg	10 CV	15 CV
4500 litres	2300 kg	1650 kg	20 CV	25 CV
6000 litres	3100 kg	2900 kg	20 CV	25 CV



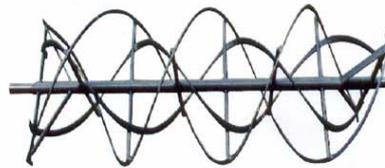
COTES ENCOMBREMENT



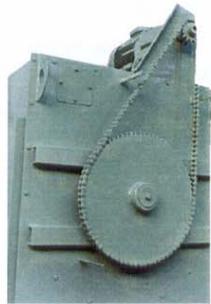
Capacités	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
120 litres	850	600	1300		100		100 x 120	800	1300	1600
200 litres	1450	600	1300		100		100 x 120	800	1300	2200
500 litres	1260	780	1500	400	250	260	200	800	2020	1710
1000 litres	1500	930	1860	450	250	260	200	800	2310	2000
1500 litres	1500	1150	2000	400	250	260	200	800	2400	2000
2200 litres	2150	1150	2000	500	250	260	200	800	2500	2660
3000 litres	3000	1150	2000	500	250	260	200	800	2500	3510
4500 litres	3000	1300	2150	800	250	260	200	800	2950	3510
6000 litres	4500	1400	2150	800	250	260	200	800	2950	5010

CARACTERISTIQUES GENERALES

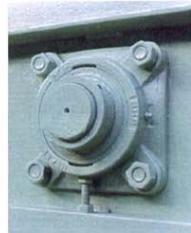
- * Transmission silencieuse par chaîne et moto-réducteur,
- * Mélange rapide et bonne homogénéité en 3 à 4 minutes,
- * Accès aux spires grâce au côté démontable,
- * Vidange standard en bout ou ventrale sur demande,
- * Extraction maximum du produit par réglage de la vis.



Doubles spires contrariées



Transmission par chaîne et pignons aciers



Possibilité de réglage du jeu entre le fond de cuve et la spire



Trappe de vidange



S.A. RENE TOY
Route des Reclusages
41800 MONTOIRE - FRANCE
Tél. 02.54.85.01.10 - Fax 02.54.72.60.67

Vous nous remercions le droit de modifier les spécifications sans préavis.

V.1.2- Traceurs testés

L'étude porte sur 8 traceurs : quatre oligo-éléments (Mn, Zn, Cu, Cr), deux macro-éléments (Cl, Ca) et deux traceurs commerciaux.

- Sulfate de Manganèse
- Oxyde de Zinc
- Sulfate de Cuivre
- Oxyde de Chrome
- Chlorure de sodium (sel)
- Carbonate de calcium
- le traceur fluide « Propiomix » à base d'acide propionique
- Le micro-traceur « Tracimix » constitué de particules métalliques

Traceur	Elément analysé	Teneur en élément	Fournisseur	Catégorie
sulfate de manganèse monohydraté (MnSO ₄ , 1H ₂ O)	manganèse	32.5%	Subra (31)	oligo-éléments
oxyde de zinc (ZnO)	zinc	80.3%	Subra (31)	oligo-éléments
Sulfate de cuivre pentahydraté (CuSO ₄ , 5H ₂ O)	cuivre	25.5%	Subra (31)	oligo-éléments
Oxyde de chrome (CrO ₃)	chrome	52.0%	Subra (31) Prolabo (94)	oligo-éléments
Chlorure de sodium (NaCl)	chlorure	60.6%	Unicor (12)	Minéraux
Carbonate de calcium (CaCO ₃)	calcium	40.0%	Chaux Bories	Minéraux
Microtraceur F bleu	Microtraceur	100%	Nutring (35)	Traceur externe
Propiomix	Acide propionique	50-60%	A Bio C (64)	Traceur externe

Les oligo-éléments sont de qualité pharmaceutique.

Le sel et le carbonate de calcium sont ceux habituellement utilisés à la station ITP pour la préparation des aliments.

Le sel est un traceur reconnu dont le dosage est simple et précis [31]. Le sel est utilisé dans de nombreux essais d'homogénéité depuis les années soixante [32] [33] [18] [4] [2] et reste un traceur actuel [19] [24] [27]. Le calcium et le manganèse sont des éléments qui sont contenus dans un produit de forte concentration et apportés en faibles quantités dans la formule [5] [34].

Tecaliman cite l'IFF (Einfluss der physikalischen Stoffeigenschaften am Beispiel Spurenelemente auf die Mischgüte und Anforderungen an Verarbeitungsanlagen beim Einsatz von Mikrokomponenten im Mischfutter. Bulletin d'information) qui a procédé en 1982 à une sélection d'un traceur standard pour pouvoir comparer entre elles environ 200 usines de fabrication des aliments. Parmi les 4 traceurs testés se trouvaient l'oxyde de manganèse et l'oxyde de Zinc [37].

Le Tracimix ou microtraceur RF bleu est un traceur coloré aux particules métalliques de petites tailles à comportement proche des micro-ingrédients de la ration. Le Tracimix à l'avantage d'être un micro-traceur et résout ainsi le problème des anciens traceurs colorés composés de grosses particules, ce qui nécessitait de les incorporer à des taux relativement élevés [31]. Externe à l'aliment, il n'interfère pas avec les autres constituants [19]. La méthode des

microtraceurs métalliques colorés a été mise au point et décrite par Einsenberg aux Etats-Unis. [9]

Le Propiomix est une préparation de type fluide à base d'acide propionique. Il permet pour toutes les espèces une utilisation sans restriction de l'aliment préparé. Comme le Tracimix, il n'est pas présent dans les constituants de la formule. Il est facile à doser (chromatographie liquide haute performance) et peu couteux. [35]

Pour l'ensemble de ces traceurs, les caractéristiques physiques n'ont pas été prises en compte dans notre étude. Celles-ci jouent cependant un rôle déterminant dans l'aptitude au mélange ; la situation idéale étant celle où elles sont proches de celles de l'aliment.

V.1.3- Mélanges expérimentaux

Les 8 traceurs ont été incorporés dans le même mélange. Le test a été répété 5 fois (A, B, C, D, E) dans les mêmes conditions. 5 mélanges ont été effectués le même jour par les mêmes opérateurs avec la même formule.

Le mélange est fait par rotation des spires, toujours dans le même sens, permettant également la vidange.

Le total des matières premières apportées atteint un total de 1010 kg correspondant à un remplissage de 100% du volume de la mélangeuse.

Les conditions du mélange (taux de remplissage, temps de mélange, ordre d'incorporation) sont celles recommandées habituellement et sont a priori optimales pour l'obtention d'un mélange homogène.

La formule utilisée est la suivante :

Matière première	Quantité (kg)
Maïs	400
Blé	200
Pois	200
Tourteau de soja	170
Prémélange traceurs	
Carbonate de calcium	20
Sel	5
Prémélange oligo-éléments	5
Propiomix	5
Tracimix	5
TOTAL	1010

Le sel et le carbonate sont apportés aux doses nutritionnelles habituelles. Le Tracimix et le Propiomix sont des traceurs exogènes. Le Propiomix est disponible en bidons étanches de 5 kg, prêt à l'emploi.

Le blé est broyé avec une grille de 5 mm à 3000 trs/mn. Les autres matières premières sont broyées avec une grille de 3 mm à 3000 trs/mn..

Les 4 oligo-éléments utilisés ici comme traceurs ont été apportés à des niveaux correspondant aux doses nutritionnelles habituelles en prémélange sur un support de blé.

Tableau 13- Composition du prémélange d'oligoéléments sur farine de blé

Elément / matière première	Quantité
sulfate de manganèse	150 g
oxyde de zinc	125 g
sulfate de cuivre	400 g
oxyde de chrome	100 g
Blé	4.275 kg
TOTAL	5 kg

Les 4 oligo-éléments et le blé ont été pesés individuellement sur une balance électronique. Le poids du mélange final a été repesé.

Le prémélange a été effectué par brassage jusqu'au mélange complet.

Il a été veillé à l'absence d'agrégats des particules d'oligo-éléments.

Après transfert et pesée des matières premières de base dans la mélangeuse, les traceurs sont incorporés dans la mélangeuse par la trappe supérieure de la mélangeuse, celle-ci étant en marche sur la totalité de la surface.

L'ordre d'ajout des prémélanges a été le suivant :

- le prémélange en oligo-éléments (tableau 1), soit 5 kg
- 5 kg de sel
- 5 kg de Propiomix
- 20 kg de carbonate de calcium
- 5 kg de Tracimix

Le temps de mélange, à compter de l'incorporation du dernier produit achevée, a été fixé à 6 minutes.

V.1.4- Prélèvement des échantillons et mesures effectuées

Les échantillons ont été prélevés à l'aide du tiroir situé en série sur la vis de vidange à proximité de la trappe de sortie. Chaque échantillon d'un poids de 1 à 1,5 kg correspond à l'intégralité du flux de sortie.

10 échantillons ont été prélevés à intervalles régulières de 45 secondes et répartis sur l'ensemble de la vidange. Il a été vérifié à l'aide de l'afficheur de poids de la mélangeuse qu'un échantillon était prélevé tous les 100 kg entre 50 et 950 kg d'aliments transférés.

Au total 50 échantillons ont ainsi été prélevés.

Ces derniers sont identifiés par la lettre correspondant au mélange et au numéro d'ordre de prélèvement (exemple : A5 est le 5^{ième} échantillon du mélange A).

Chaque prélèvement de 1,5 kg a été fractionné en 2 puis en 5 échantillons au moyen d'un diviseur à grain de laboratoire.

Ces 5 échantillons ont été adressés aux différents laboratoires pour les analyses suivantes :

- ✓ cuivre, zinc, manganèse, calcium et chlorures : laboratoire de l'UCAAB (Château-Thierry, dépt 02)
- ✓ acide propionique ou Propiomix : laboratoire A.BIO.C. (Arzacq, dépt 64)
- ✓ tracimix : société NUTRING (Cesson-Sévigné, dépt 35),

✓ chrome : ENV Toulouse dans le service d'alimentation du Pr Griess. (Toulouse, dépt 31).

Les méthodes de dosage des traceurs figurent en annexe A.

V.1.5- Analyse statistique des résultats :

La méthode que nous proposons pour comparer les traceurs se base sur 2 critères :

1. Le critère « écart-type » qui mesure la dispersion. Dans notre cas nous avons considéré que l'écart-type du mélange est égal à l'écart-type total. C'est le paramètre qui mesure l'homogénéité. Les différences entre « écart-types » pour les différents traceurs traduisent donc leur plus ou moins grande aptitude à montrer l'état de mélange. L'écart sera lié à une différence de sensibilité .

Sachant que les unités des écart-types ne sont pas les mêmes d'un traceur à l'autre (cf. tableau 2) il est nécessaire de diviser les écart-types de chaque traceur par la moyenne observée correspondante à chacun des traceurs.

L'écart type noté ET₇ ou ET₁₀ (selon que l'on considère 7 ou 10 échantillons) a été calculé et les différentes valeurs sont notées dans les tableaux A à H annexe C.

La variance est la moyenne du carré des écarts à la moyenne. Ainsi, pour les données x_i (avec i = 1, 2, ..., 10) de moyenne m, on a :

$$V = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - m)^2}{n-1}$$

L'écart-type ET (ou S) est la racine carrée de la variance V.

$$\text{ET} = \sqrt{V}$$

$$\text{ET}_{\text{tot}} = \text{Moy}(\text{ET}_j) \text{ avec } j = 1, 2, \dots, 5.$$

2. Le critère « biais » qui mesure l'écart entre la moyenne des teneurs pour les 5 mélanges obtenus et la teneur attendue correspondant à la quantité apportée par les traceurs d'une part et les matières premières d'autre part. Ce paramètre mesure donc la conformité et la répétabilité entre les 5 mélanges c'est-à-dire la fiabilité de la méthode utilisée pour l'emploi de ce traceur.

Le biais, noté b, se mesure grâce aux formules suivantes : (de même, on notera B₇ ou B₁₀ selon que l'on considère 7 ou 10 échantillons)

$b^2 = \sum((\text{moy}(y_i)-t)/t)^2$ avec t = teneur attendue, y_i = valeur observée = $\text{Moy}_j(x_{ij})$ avec $i = 1, 2, \dots, 10$ et $j = 1, 2, \dots, 5$.

$$b^2 = (b_1^2 + \dots + b_{10}^2)/10$$

Ainsi, il est possible de comparer entre les différents traceurs les valeurs observées pour le biais « traceur » d'une part et pour l'écart-type « traceur » divisé par la moyenne observée d'autre part. Le ou les meilleurs traceurs seront ainsi ceux pour lesquels la valeur biais B est la plus basse et pour laquelle la valeur écart-type est conforme à l'état réel de mélange tel qu'il peut être estimé par l'ensemble des pré-mélanges.

Dans chacun des tableaux de A à H sont précisés ET_{10} et ET_7 obtenus pour chacun des mélanges A à E ainsi que ET_{10} « traceur » et ET_7 « traceur » correspondant à l'écart type moyen du traceur pour les 5 mélanges. Pour être comparés les écart-types dont les unités sont différentes seront divisés par les moyennes observées correspondantes. Nous nous intéresserons donc aux valeurs ET_{10}/MOY_{10} et ET_7/MOY_7 .

Les valeurs B_7 et B_{10} « traceur » sont également calculées.

V.2- RESULTATS

Les résultats expérimentaux obtenus des analyses sont représentés dans les tableaux (A à H) et dans le tableau I où les valeurs ont été divisées par les moyennes correspondantes à chaque traceur pour pouvoir les comparer plus facilement en indice. Les tableaux sont en annexe C. Pour chaque traceur étudié, on peut donc observer son comportement dans les 5 mélanges. A partir de ces tableaux on obtient deux graphiques par traceur (graphiques avec les valeurs brutes et ceux avec les valeurs indicées par rapport à la moyenne). Ces graphiques sont numérotés de 1 à 16. Les graphiques 17 et 18 présentent les résultats mélange par mélange. Les graphiques sont en annexe D.

V.2.1- Observations générales

L'interprétation des résultats expérimentaux nécessite de prendre en compte les teneurs apportées directement par les matières premières utilisées pour la fabrication de l'aliment [27]. Les tables de l'I.N.R.A.(1989), du N.R.C. (1998) et de la base de données io-7 [3] permettent de calculer les teneurs en oligo-éléments théoriquement apportées par le mélange. (tableau 14)

[Les tableaux des calculs sont en annexe B.]

Tableau 14 - Origine apports traceurs.

Elément analysé	Apport par les matières premières	Incorporation en traceur	Apport par le traceur	Rapport Traceurs/total
Manganèse	18.6	150	48.8	72%
Zinc	28.5	125	100.4	78%
Cuivre	7.2	400	102.0	93%
Chrome	0	100	52.0	100%
Chlorure	613	5000	3030	83%
Calcium	1016	20000	8000	89%
Microtraceur bleu F	0	5000	100	100%
Propiomix	0	5000		

Le tableau 14 montre que les quantités apportées en traceurs sont relativement faibles, inférieures ou équivalentes à 100 ppm pour les traceurs manganèse, zinc, cuivre et chrome. Or, des tests effectués en milieu industriel il ressort qu'il faut considérer qu'un apport de 100 ppm à 500 ppm est optimum [39].

Ce tableau met en évidence 2 groupes de traceurs : ceux qui sont absents des matières premières (Propiomix, Tracimix et chrome) ou peu présents dans celles-ci (calcium et cuivre) et ceux qui sont présents en quantités moins négligeables (Chlorures, manganèse et zinc). Pour ces trois derniers traceurs les quantités apportées par les matières premières représentent de 20 à 40 % de celles apportées par le traceur.

Nous connaissons maintenant les quantités apportées. Regardons ce qu'il en est des quantités récupérées.

Tableau 15 - Taux de récupération en traceurs.

Élément analysé	Quantité attendue	Quantité observée	Conformité au taux de récupération
Manganèse	67.4	61.3	91%
Zinc	128.9	122.1	95%
Cuivre	109.2	91.5	84%
Chrome	52.0	56.4	109%
Chlorure	3643	3200	88%
Calcium	9016	10178	113%
Microtraceur bleu F	100	105	105%
Propiomix			

V.2.2- Mélange par mélange

Les graphiques 17 et 18 (en annexe D) présentent pour chaque mélange les variations des teneurs (en indice 100) en traceurs obtenues à partir du dernier tableau de l'annexe C.

D'un point de vue global, on remarque pour la quasi totalité des traceurs étudiés et pour les 5 mélanges successifs le même comportement des traceurs. En effet, les 3 premiers échantillons de chaque mélange montrent une teneur très inférieure à la valeur attendue puis une augmentation de celle-ci. Ensuite, pour les 7 derniers échantillons, les teneurs sont très souvent constantes. Les teneurs sont alors plus satisfaisantes et homogènes entre échantillons. Ce phénomène ne semble pas pouvoir être attribué à la préparation et à l'analyse des échantillons puisqu'il a été répété de manière identique pour les 5 mélanges. A l'inverse, il nous semble être lié spécifiquement à certains paramètres du mélange, en particulier au temps de mélange. En effet, les derniers échantillons qui ont été mélangés plus longtemps au delà de 8 minutes, à savoir 6 minutes de mélange, plus 2 minutes de vidange pendant laquelle la mélangeuse continue de fonctionner, montrent apparemment un mélange satisfaisant. Pour cette raison nous avons distingué dans les calculs qui suivent le CV portant sur 10 échantillons et le CV portant sur 7 échantillons.

Ce mélange insuffisant a paradoxalement permis la réussite de notre essai, celui-ci concernant la mise en évidence de l'état du mélange par différents traceurs.

V.2.3- Traceur par Traceur

- **Pour le calcium** (graphiques 1 et 2), la teneur moyenne constatée est de 10.2 g/kg alors que l'attendu était de 9g/kg (tableau A). Les graphiques

- **Pour le Chrome** (graphiques 3 et 4), la teneur moyenne constatée est de 57.19 g/kg alors que l'attendu était de 52 g/kg (tableau B). Le coefficient de variation total avec 7 échantillons est en moyenne de 13.85% pour les 5 mélanges, et varie entre 4% et 36% ce qui constitue une amplitude forte. Le CV total sur 10 échantillons est également variable selon les mélanges, de 24 % pour le mélange A à 48 % pour le mélange C. On note un écart sur les deux dernières valeurs de la série C dont l'origine pourrait être liée à une difficulté d'analyse dans la mesure où l'on ne retrouve pas ce décalage dans les autres séries, ni pour les autres échantillons.
- **Pour les chlorures** (graphiques 5 et 6), la teneur moyenne constatée est de 5.28 g/kg alors que l'attendu était de 5.83 g/kg (tableau C). Le coefficient de variation total sur 7 échantillons varie entre 5% et 11% alors que le CV total sur 10 échantillons varie entre 17% et 22%. Cependant, quand on compare les graphiques 9 et 10 le comportement du calcium paraît plus homogène que celui des chlorures.
- **Pour le cuivre** (graphiques 7 et 8), la teneur moyenne constatée est de 94.40 mg/kg alors que l'attendu était de 109 mg/kg (tableau D). De même, le coefficient de variation total pour les 7 derniers échantillons, reste satisfaisant et est compris entre 6% et 8%.
- Les coefficients de variations du **manganèse** (graphiques 9 et 10) et du zinc (graphiques 11 et 12) sont également corrects. De plus, on remarque que la courbe se rapportant au mélange B est différente de celles des autres mélanges et similaire à celle du cuivre. Que ce soit dans le cas du manganèse, du zinc ou du cuivre, on remarque un comportement identique en particulier au niveau du mélange B. Il est possible d'en déduire que ces trois traceurs ont des comportements voisins.
- **le Propiomix** (graphiques 13 et 14) a aussi des résultats satisfaisants : c'est ce traceur qui a le CV le plus bas (4%) pour les 7 derniers échantillons, avec une variation entre 2 et 9% pour les 5 mélanges. Par contre les CV totaux sur 10 échantillons sont compris entre 2 % et 9 %.
- avec un coefficient de variation total moyen de 12% (ne tenant pas compte des 3 premiers échantillons), le **Tracimix** (cf tableaux 16 et 17) reste le traceur présentant le plus fort taux de variation. Les CV sur 10 échantillons sont compris entre 18 % et 42 %. En outre, les graphiques montrent des comportements moins répétitifs d'un mélange à l'autre.

Au total, il apparaît que chacun des traceurs a bien permis de mettre en évidence le même phénomène de mélange insuffisant des 3 premiers échantillons. Les 8 traceurs ont donc une sensibilité ainsi qu'une fiabilité proche puisque les mêmes observations ont été faites sur 5 mélanges successifs pour chacun des traceurs.

V.2.4- Discussion des résultats :

Comme nous l'avons précisé auparavant, un coefficient de variation (CV) de moins de 10% est souvent considéré comme représentatif d'un bon mélange [19] [4] [23].

Les coefficients de variation à l'analyse nous sont communiqués par le laboratoire et figurent dans le tableau 16.

Tableau 16 - Coefficients de précision des analyses.

Analyse	Précision (CV en %)	Source
Manganèse	5.5-6.3	UCAAB
	5.6-10	BIPEA
Calcium	2.4-3.5	UCAAB
	3.8-7.2	BIPEA
Chlorure	1.2-2	UCAAB
	5.6-9.2	BIPEA
Cuivre	3.8-4.9	UCAAB
	4-9.5	BIPEA
Zinc	3.2-4.1	UCAAB
Tracimix	16	NUTRING
Propiomix	8	Labo A Bio C
Chrome	8	UCAAB

Pour chacun des mélanges nous avons également considéré la variance V_r mesurée entre les 5 répétitions du mélange comme une expression de la variance expérimentale correspondant à l'ensemble de la variance analytique et de la variance de l'échantillonnage (préparation des mélanges, prise d'échantillons et préparation de ceux ci avant envoi au laboratoire). Il est possible de déterminer la variance réellement liée aux paramètres du mélange $V(\text{mélange})$ comme suit :

$$V_{\text{tot}} = V_r + V_m$$

$$\text{Où } V_r = V_{\text{ana}} + V_{\text{trait}} \text{ et } V_m = V_{\text{hom}} + V_{\text{théo}}$$

R_q : pour cette étude, on assimilera V_m à V_{hom} car $V_{\text{théo}}$ est suffisamment petit pour être négligeable. En effet tous les traceurs étudiés sont caractérisés par un nombre de particules au gramme très élevé. Nous avons vu précédemment, avec l'étude de Bruggemann et Niesar, que plus n augmentait, plus $V_{\text{théo}}$ baissait. En outre, pour un même traceur, le nombre de particules au gramme est assez variable (excepté pour le TRACIMIX dont la technique est basée sur le comptage du nombre de particule dans chaque échantillon $V_{\text{théo}} = 0.08$).

Tableau 17- Résultats test traceurs.

Traceur	Var. tot	Var. r	Var. m	CV tot	CV r.	CV m
Manganèse	234.5	50.7	183.8	24.2%	11.6%	22.1%
Zinc	765.3	200.6	564.7	22.0%	11.6%	19.5%
Cuivre	792.5	181.2	259.1	29.8%	14.7%	27.1%
Chrome	440.3	181.2	259.1	35.9%	23.8%	28.5%
Chlorure	1.6	0.44	1.14	23.3%	12.6%	20.2%
Calcium	9.2	0.89	8.35	28.8%	9.3%	28.4%
Microtraceur	0.6	0.10	0.52	29.4%	12%	26.9%
Propiomix	1190.2	620.6	569.6	31.7%	23.8%	22.8%

La comparaison des coefficients de variation de l'analyse à ceux obtenus dans notre essai montre que les variances liées aux analyses (ou Vana) sont moins importantes que celles liées à l'ensemble de la méthode expérimentale retenue ici Vr dans laquelle elle est incluse

Les résultats pour chacun des traceurs mettent en évidence un mauvais mélange sur 10 échantillons . En effet, le CV total varie de 22% à 35.9%. Le CV mélange sur 10 échantillons après retrait de la variance expérimentale Vr reste élevé de 19.5 à 28 % selon les traceurs. Ceci peut s'expliquer par le contexte de mélange non homogène (temps de mélange insuffisant et faibles teneurs apportées en traceurs).

V.2.5- Essai de classement des traceurs :

Après calculs, les données sont présentées dans le tableau 18 et les schémas 12 et 13 :

Tableau 18- Valeurs calculées des deux critères de choix.

	ET₁₀/MOY₁₀	B₁₀	ET₇/MOY₇	B₇
Ca	0,29	0,39	0.08	0.40
Cl	0,23	0,20	0.10	0.03
Cr	0,35	0,33	0.13	0.27
Cu	0,30	0,25	0.10	0.04
Mn	0,24	0,27	0.07	0.24
Propiomix	0,29	0,26	0.05	0.03
Zn	0,22	0,20	0.08	0.12
Tracimix	0.32	0.25	0.13	0.21

Schéma 12 - Comparaison des traceurs avec 10 échantillons.

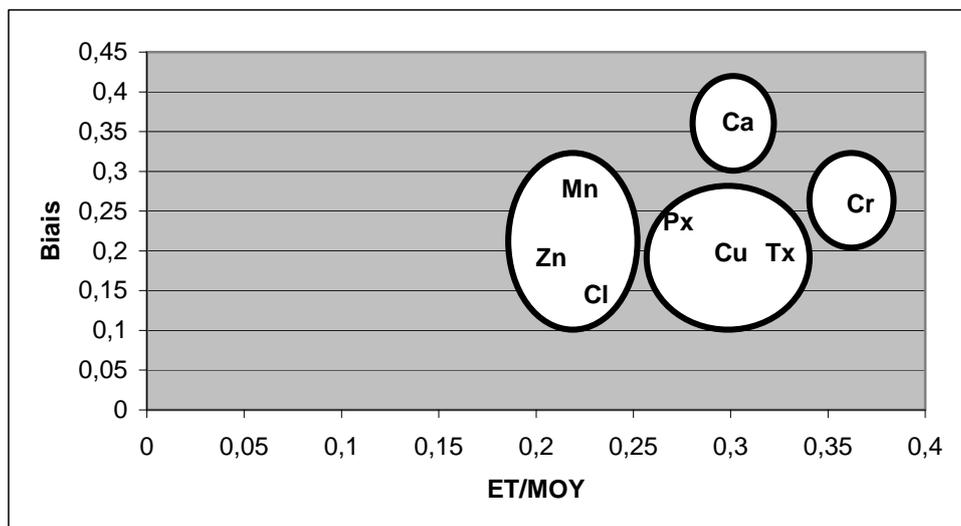
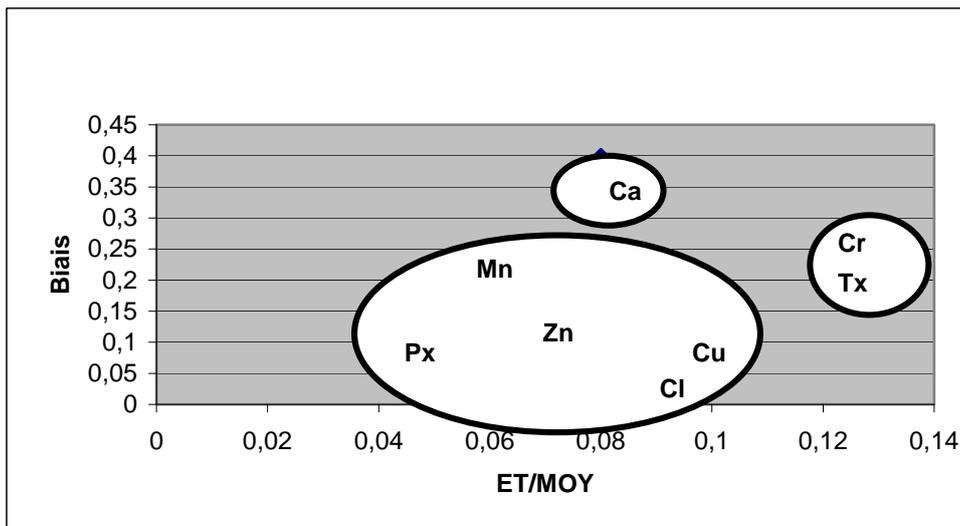


Schéma 13 - Comparaison des traceurs avec 7 échantillons.



Les deux graphiques restent fortement similaires quel que soit le nombre d'échantillons sélectionnés (7 ou 10). Nous pouvons ainsi constater que les 8 traceurs ont des comportements constants quel que soit le nombre de traceurs retenus dans le mélange.

L'analyse graphique permet de sélectionner différentes zones (4 zones avec 10 échantillons et 3 zones avec 7 échantillons). Ceci nous permet de mettre en avant trois types de traceurs :

- le chrome et le Tracimix pour lesquels les comportements sont proches dans les deux graphiques.
- Le calcium dont la position apparaît constante et distincte de celle des autres traceurs dans les deux graphiques.
- Les autres traceurs qui sont globalement dans la même zone mais dont les valeurs peuvent être sensiblement différentes d'un graphique à l'autre.

zone 1 : le calcium.

Bien qu'il ait une valeur de dispersion moyenne, la valeur de biais du calcium apparaît élevée (0.39 ou 0.4). La valeur du CV analyse communiquée par l'UCAAB est de l'ordre de 3% donc faible. Par contre, le taux de récupération est de 113%. La valeur attendue est donc mal estimée ou bien la méthode ne permet pas une bonne conformité.

La zone 2 regroupe le chrome et le Tracimix.

Les valeurs de biais sont correctes, au contraire du calcium, mais les valeurs de dispersion sont les plus élevées. Ces deux traceurs ont donc une grande sensibilité et par rapport aux autres traceurs, ils tendent à « surestimer » l'hétérogénéité du mélange. Le même mélange sera apprécié comme moins homogène du fait d'un écart-type et d'un CV plus importants. L'intérêt de ces deux traceurs, en particulier lors d'opérations d'autocontrôle, est leur meilleure capacité à détecter des débuts de démixage.

la zone 3 regroupe les autres traceurs zinc, chlorure, le manganèse, Propiomix et cuivre.

Ce groupe apparaît relativement homogène avec des valeurs assez groupées.

Les valeurs de biais sont faibles. Elles montrent une bonne capacité à estimer la quantité réellement apportée et à retrouver les mêmes conclusions pour deux opérations identiques.

Les valeurs de dispersion (ou ET) restent groupées. Elles indiquent une bonne capacité à indiquer l'hétérogénéité lorsque l'état du mélange n'est pas satisfaisant (comparaison avec 10 échantillons) et à indiquer l'homogénéité du mélange lorsque l'état de celui-ci est satisfaisant.

Ces traceurs apparaissent donc également comme des traceurs de choix .

Tableau 19 -Corrélations entre les différents traceurs

	Ca	Cl	Cu	Mn	Cr	Zn	Px	Tx
Ca	1							
Cl	0.86	1						
Cu	0.84	0.84	1					
Mn	0.88	0.85	0.96	1				
Cr	0.88	0.85	0.96	0.98	1			
Zn	0.85	0.85	0.97	0.98	0.80	1		
Px	0.86	0.69	0.76	0.78	0.59	0.77	1	
Tx	0.69	0.61	0.57	0.60	0.50	0.59	0.60	1

L'analyse des corrélations entre traceurs confirme les observations précédentes. Les corrélations sont toutes positives et supérieures à 0,5 indiquant la capacité des 8 traceurs à révéler de manière concordante l'état du mélange.

Le calcium présente une forte corrélation (0.84 à 0.88) avec tous les traceurs à l'exception du Tracimix (0.69). Les résultats des chlorures sont fortement corrélés à ceux des oligo-éléments, du calcium et du chrome (0.84 à 0.85) et assez peu corrélés à ceux du Propiomix et du Tracimix (0.69 et 0.61). Le chrome est assez peu corrélé avec le Tracimix et le Propiomix (0.50 et 0.59), fortement corrélé avec le calcium, les chlorures et le zinc (0.80 à 0.88) et très fortement corrélé avec le cuivre et le manganèse (0.96 et 0.98). Le Tracimix est assez peu ou moyennement corrélé (0.50 à 0.69) avec les 7 autres traceurs y compris le Propiomix. Celui ci a une corrélation relative avec le Tracimix et le chrome (0.60 et 0.59), moyenne avec les chlorures (0.69), forte avec le cuivre, le zinc, et le manganèse (0.76 à 0.78) et avec le calcium.

Enfin, les trois oligo-éléments cuivre, zinc et manganèse présentent des résultats très fortement corrélés entre eux (0.96 à 0.98).

Le Tracimix a donc un comportement relativement éloigné de celui des autres traceurs à la différence du chrome et du Propiomix qui sont également des traceurs exogènes non présents dans les matières premières mais de comportement plus proches de ceux des 5 autres traceurs. Cuivre, zinc et manganèse peuvent être considérés comme ayant un comportement identique.

Les autres caractéristiques des traceurs qui vont permettre éventuellement de choisir un traceur parmi un autre sont :

- un coût de dosage le plus faible possible
- une précision de dosage la meilleure possible
- une quantité de traceur apporté par les matières premières la plus faible possible

Tableau 20 -Approche du coût d'analyse (en euros /échantillon) et de la précision des traceurs

Traceur	Coût achat	Coût analyse	Coût total	Précision analyse	Rapport traceurs/total
Manganèse	0.023	43.75	43.77	5.5-6.3 5.6-10	72%
Calcium	0.12	43.3	43.4	2.4-3.5 3.8-7.2	89%
Chlorure	0.07	34.3	34.4	1.2-2 5.6-9.2	83%
Cuivre	0.06	43.75	43.8	3.8-4.9 4-9.5	93%
Zinc	0.02	43.75	43.77	3.2-4.1	78%
Tracimix	40.7	9.3	50	16	100%
Propiomix	2.24	20.4	22.44	8	100%
Chrome	0.015	96.6	96.7	8	100%

Les analyses d'un échantillon d'aliment en chlorures ou en Ca reste moins chères que celles des oligo-éléments (Mn, Zn, Cu). La méthode Tracimix est légèrement coûteuse et l'analyse en chrome reste la plus onéreuse. Néanmoins les coûts d'analyse varient plus d'un laboratoire à l'autre qu'en fonction du traceur considéré. Le prix à l'analyse apparaît donc comme moins déterminant qu'il n'y paraît.

VI- Conclusion

L'homogénéité d'un mélange d'aliment, se mesure en calculant le coefficient de variation des résultats d'analyses de plusieurs échantillons prélevés en aval d'une mélangeuse.

L'étude de l'homogénéité des aliments fabriqués à la ferme a permis de mieux appréhender un test d'homogénéité en sortie de mélangeuse :

- mise au point d'un protocole,
- prélèvement et traitement des échantillons,
- liste de traceurs efficaces,
- choix du traceur en fonction de l'objectif de départ,
- interprétation des résultats obtenus.

Cette étude a permis d'analyser le comportement de 8 traceurs au cours de 5 mélanges successifs de mêmes formules. Tous les traceurs se sont montrés pertinents dans les conditions du test réalisé dans un contexte de mélange non homogène (temps de mélange insuffisant, taux d'incorporation des traceurs oligo-éléments insuffisante).

Le test serait donc intéressant à renouveler dans de bonnes conditions de mélange. Il serait également intéressant d'augmenter le nombre d'échantillons prélevés (10 à 20) afin d'améliorer la puissance du test et de réaliser deux analyses par échantillon afin de déterminer directement la variance analytique.

Plusieurs exigences telles que la contrainte réglementaire mais aussi les exigences de bonne qualité de la production (Chartes, certifications, traçabilité) incitent les éleveurs à tester leurs mélangeuses. Une telle opération apparaît possible sans difficulté majeure puisque les différents traceurs utilisables dans un protocole de mélange donnent tous de bons résultats.

Par ailleurs, la qualité de l'opération de mélange des aliments ne se limite pas à la seule homogénéité de l'aliment fabriqué. Les problèmes de contaminations croisées (résidus de mélanges précédents) devraient également être étudiés de manière approfondie dans de futures études.

BIBLIOGRAPHIE

- 1- ALBAR J.- Présentation de la problématique FAF.- Document interne, ITP, Toulouse.- 1998.-36p.
- 2- AMERICAN SOYBEAN ASSOCIATION.- La nutrition animale, actualités.Publication ASA Europe,- Décembre 1986, Bruxelles,- 1 p.
- 3- Association Française de Zootechnie.- Manuel d'utilisation de io-7 version 4.2.- La banque de données de l'alimentation animale.- 2001.
- 4- BADOUARD B.- Qualité nutritionnelle et technologique des aliments porcs fabriqués à la ferme.- Mémoire de fin d'étude ENSFAR, Rennes,- Septembre 1980.
- 5- BONHOMME J.P. ISARD P.- Comment contrôler la qualité des aliments pour bétail fabriqués dans une usine.- Mémoire de fin d'étude de l'ISARA.- 22-37.
- 6- BRUGGEMANN J, NIESAR K.- Etude sur la fabrication industrielle des aliments composés. Influence, sur le degré d'homogénéité d'un mélange, des propriétés morphologiques de ses composants.- Industrie de l'alimentation animale.- **162.-** 39-61 ; **164,** 61-73 ; **168,** 41-63.
- 7- CHASSERAY P.- Prélèvement de l'échantillonnage.- Théorie et pratique.- Industrie des céréales.- mai-juin 1982.- N° 17.- 11-35.
- 8- DAVID. L.- Alimentation animale.- tome 1.- Louis David éditeur.- 1985.- Mélange / Mélanges.- 57-61.
- 9- EINSENBERG S.- Markers in mixer testing : closer to perfection.- Feed management.- **43.** 11.- 8-20.
- 10- ENJALBERT. F.- Cours d'alimentation des porcs.- Ecole Nationale Vétérinaire de Toulouse.- 1996.
- 11- FRANCE.- Directive du premier mars 1977 : Mode de prélèvement des échantillons.- Journal Officiel CEE L 102 du 15 avril 1976.
- 12- FRANCE.- Ministère de l'agriculture et de la forêt.- Arrêté du 27 novembre 1985 : conditions auxquelles doivent répondre les installations destinées à la fabrication des aliments médicamenteux visées à l'article L 610-1 du code de la santé publique.- Journal officiel du 6 décembre 1985.- 14176.
- 13- FRANCE.- Ministère de l'agriculture et de la forêt.- Arrêté du 13 février 1992 : Liste et conditions d'incorporation des additifs aux aliments pour animaux.- Journal officiel du 13 mars 1992.- 3624.
- 14- FRANCE.- Ministère de l'agriculture et de la forêt.- Arrêté du 28 février 2000 : Agrément et enregistrement de certains établissements et intermédiaires dans le secteur de l'alimentation animale.- Journal officiel du 2 mars 2000.- 3314.
- 15- FRANCE.- Ministère de l'agriculture et de la forêt.- Arrêté du 30 mars 2001 : Agrément et enregistrement de certains établissements et intermédiaires dans le secteur de l'alimentation animale (modifiant l'arrêté du 28 février 2000).- Journal officiel du 1 avril 2001.- 5157.
- 16- FRANCE.- Préfecture du Finistère, Directeur des services vétérinaires.- Dossier de demande d'agrément des installations en vue de fabrication de préparation extemporanée.- Courrier du 12 janvier 1994 destiné aux vétérinaires inspecteurs du départements SJB / JLD.- 288-94
- 17- GENIEZ G.- Fabriques d'aliments à la ferme.- Etat des lieux général et approche qualitative d'un aliment.- Mémoire de BTS productions animales.- 1998.- 40-42.
- 18- HEADLY V.E.- Salt tracers and assay methods in feed mixing.- Feedstuffs.- 19 Août 1967.- 60-64.

- 19- HERRMAN T. , BEHNKE K..- Testing mixer performance.- Departement of grain science and industry-cooperation extension service.- Kansas State University-Manhattan. -Octobre 1994.-1-4.
- 20- INRA.- Nutrition et alimentation des animaux d'élevage.- Tome 1.- Paris : Edition Foucher.- 1992.- Chapitre 10.- Additifs alimentaires.- 197-201.
- 21- INRA.- Nutrition et alimentation des animaux d'élevage.- Tome 1.- Paris : Edition Foucher.- 1992.- Chapitre 11.- Alimentation des porcs.- 203-223.
- 22- ITP.- Mémento de l'éleveur de porc.- 2000.- 135-179.
- 23- JONES F.T..- Quality control in feed manufacturing.- Feedstuffs.- 21 Juillet 1993.- 145-149.
- 24- JONES F.T.. -Mixing feeds and mixer test procedures for batch mixers.- Feed additive compendium.- 1997.- 93-96.
- 25- LAPLACE J.P., CORRING T., RERAT A..- Physiologie digestive chez le porc.- Deuxième séminaire international du 27 au 29 août 1982 de Jouy-en-Josas.- INRA 1982 – Colloque N° 12.
- 26- LURO D..-L'homogénéité des aliments fabriqués à la ferme - Mémoire d'ingénieur 81^{ème} promotion ESAP, Toulouse, mai 2002.
- 27- Mc COY R. A., BEHNKE K.C., HANCOCK J.D., Mc ELLHINEY R.R..- Effect of mixing uniformity on broiler chick performance.- Poultry Science 73.- 1994.- 443-451.
- 28- MELCION J.P..- Conduite du mélange : Elaboration et destruction - Revue de l'alimentation animale.- décembre 1989.- 27-29.
- 29- MOSCARDO. J.C.- Additifs et prémélanges d'additifs : la réglementation.- Revue de l'alimentation animale.- décembre 1989.- 32-34.
- 30- MULTON J-L..- Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agro-alimentaires.- 2ème édition.- Collection Sciences et techniques agro-alimentaires.-Editions Lavoisier, 1992,- 752-754.
- 31- NIVET H..- Aspects pratiques du mélange : Contrôle de performance d'une mélangeuse.- Revue de l'alimentation animale.- décembre 1989.- 30-31.
- 32- PFOST H.B., DEYOE C., STEVENS C., MORGAN E..- Testing feed mixtures, mixers and related equipment Feed mixing (American Soybean Association).- 1966.- 12-14.
- 33- PFOST H.B., DEYOE C.W., MORGAN E., STEVENS C., CHADDHA R..- Testing and performance of a vertical twin screw mixer Feed mixing (American Soybean Association).- 1966.- 15-17.
- 34- PUTIER F..- Une nouvelle conception de mélangeuse.- Revue de l'Alimentation Animale 495.- Avril 1996.- 44-46.
- 35- SANSOT.A.. Test d'homogénéité de mélange.- Laboratoire des collines, Arzacq (64).- 1994. 4.p.
- 36- SYNPA.- Les additifs et autres substances assimilées, autorisés en alimentation animale, Syndicat National des Producteurs d'Additifs Alimentaires, Paris.- janvier 1998, 556 p.
- 37- TECALIMAN.- Contribution à la mise en place d'une méthode de référence d'évaluation des performances d'homogénéisation des mélangeuses et des niveaux de contaminations croisées sur des sites industriels de l'alimentation animale.- Rapport 2 du programme de la convention Sypram n°6, Nantes.- Juin 1995.- 16.
- 38- TECALIMAN.- Mise au point d'une méthode de contrôle de la qualité des mélanges.- Rapport SYPRAM, Nantes.- 1995.
- 39- TECALIMAN.- Règles techniques pour l'évaluation du niveau d'homogénéisation, Nantes.- Janvier 2000.- 1-6.

ANNEXE A

CALCIUM

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de déterminer la teneur en calcium total des aliments des animaux.

2. Principe

L'échantillon est incinéré, les cendres sont traitées par l'acide chlorhydrique et le calcium est précipité sous forme d'oxalate de calcium. Après dissolution du précipité dans l'acide sulfurique, l'acide oxalique formé est titré par une solution de permanganate de potassium.

3. Réactifs

- 3.1. Acide chlorhydrique p.a., d : 1,14
- 3.2. Acide nitrique p.a., d : 1,40
- 3.3. Acide sulfurique p.a., d : 1,13
- 3.4. Ammoniaque p.a., d : 0,98
- 3.5. Solution saturée à froid d'oxalate d'ammonium p.a.
- 3.6. Solution à 30 pour cent (p/v) d'acide citrique p.a.
- 3.7. Solution à 5 pour cent (p/v) de chlorure d'ammonium p.a.
- 3.8. Solution à 0,04 pour cent (p/v) de vert de bromocrésol
- 3.9. Solution de permanganate de potassium 0,1 N

4. Appareillage

- 4.1. Four à moufle électrique, à circulation d'air et thermostat
- 4.2. Creusets à incinération en platine, quartz ou porcelaine
- 4.3. Creusets filtrants en verre, porosité G₄

5. Mode opératoire

Peser, à 1 mg près, 5 g environ de l'échantillon (ou plus si nécessaire), les calciner à 550 °C et transvaser les cendres dans un bécher de 250 ml. Ajouter 40 ml d'acide chlorhydrique (3.1), 60 ml d'eau et quelques gouttes d'acide nitrique (3.2). Porter à ébullition et maintenir celle-ci pendant trente minutes. Refroidir, transvaser la solution dans un ballon jaugé de 250 ml. Rincer, compléter le volume jusqu'au trait de jauge avec de l'eau, homogénéiser et filtrer.

Prélever à la pipette, selon la teneur présumée en calcium, une quantité aliquote contenant de 10 à 40 mg de calcium et l'introduire dans un bécher de 250 ml. Ajouter 1 ml de solution d'acide citrique (3.6) et 5 ml de solution de chlorure d'ammonium (3.7). Compléter le volume à 100 ml environ avec de l'eau. Porter à ébullition, ajouter 8 à 10 gouttes de solution de vert de bromocrésol (3.8) et 30 ml de solution chaude d'oxalate d'ammonium (3.5). Si un précipité apparaît, dissoudre celui-ci par addition de quelques gouttes d'acide chlorhydrique (3.1).

Neutraliser ensuite très lentement par l'ammoniaque (3.4), en agitant constamment, jusqu'à obtention d'un pH de l'ordre de 4,4 à 4,6 (virage de l'indicateur). Placer le bécher dans un bain d'eau bouillante, maintenir durant trente minutes pour laisser déposer le précipité formé. Retirer le bécher du bain d'eau. Laisser reposer durant une heure et filtrer dans un creuset filtrant G₄.

Laver le bécher et le creuset à l'eau jusqu'à élimination de l'excès d'oxalate d'ammonium (l'absence de chlorure dans les eaux de lavage indique que le lavage a été suffisant).

Dissoudre le précipité sur le filtre par 50 ml d'acide sulfurique (3.3) chaud. Rincer le creuset à l'eau chaude et amener le filtrat à 100 ml environ. Amener la température à 70-80 °C et titrer goutte à goutte par la solution de permanganate de potassium (3.9) jusqu'à obtention d'une coloration rose persistant pendant 1 minute.

6. Calcul des résultats

1 ml de permanganate de potassium 0,1 N correspond à 2,004 mg de calcium. Exprimer le résultat obtenu en pour cent de l'échantillon.

7. Observations

- 7.1. Pour les très faibles teneurs en calcium, procéder comme indiqué ci-après. Filtrer le précipité d'oxalate de calcium sur un papier filtre sans cendres. Après lavage, sécher le filtre et le calciner à 550 °C dans un creuset en platine. Reprendre le résidu par quelques gouttes d'acide sulfurique (3.3), évaporer à sec, calciner à nouveau à 550 °C et peser. Si p représente le poids de sulfate de calcium obtenu, la teneur en calcium de la quantité aliquote prélevée = $p \times 0,2944$.
- 7.2. Si l'échantillon est constitué uniquement de matières minérales, procéder à la dissolution par l'acide chlorhydrique sans incinération préalable. Pour les produits tels que les phosphates aluminocalciques, difficiles à dissoudre dans les acides, procéder comme suit à une fusion alcaline avant la dissolution. Mélanger intimement dans un creuset de platine la prise d'essai avec environ 5 fois son poids d'un mélange, en parties égales, de carbonate de potassium et de carbonate de sodium. Chauffer avec précaution jusqu'à fusion complète du mélange. Après refroidissement, dissoudre par l'acide chlorhydrique.
- 7.3. Si la teneur en magnésium de l'échantillon est élevée, procéder à une seconde précipitation de l'oxalate de calcium.



<p>NORME FRANÇAISE ENREGISTRÉE</p>	<p>ALIMENTS DES ANIMAUX DOSAGE DES CHLORURES SOLUBLES DANS L'EAU</p>	<p>NF V 18-105 Jun 1980</p>
<p style="text-align: center;">AVANT-PROPOS</p> <p style="text-align: center;"><i>La présente norme est en concordance technique avec le projet de norme internationale ISO/DIS 6495 et avec la méthode d'analyse des Communautés Européennes fixée par la directive du 15 juin 1971 (J.O.C.E du 1971-07-12) (*).</i></p> <p style="text-align: center;">1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION</p> <p>La présente norme spécifie une méthode de dosage des chlorures solubles dans l'eau, exprimés en chlorure de sodium, dans les aliments des animaux.</p> <p>Elle est applicable à tous les aliments des animaux.</p> <p style="text-align: center;">2 PRINCIPE</p> <p>Mise en solution dans l'eau des chlorures présents dans une prise d'essai. Défécation du produit si celui-ci contient des matières organiques. Légère acidification de la solution par l'acide nitrique et précipitation des chlorures sous forme de chlorure d'argent à l'aide d'une solution titrée de nitrate d'argent. Titrage de l'excès de nitrate d'argent par une solution titrée de thiocyanate d'ammonium ou de potassium.</p> <p>(*) Arrêté du 10 octobre 1972 (J.O. du 1972-10-26).</p>		
<p>Enregistrée par décision du 1980-05-12 pour prendre effet le 1980-06-12</p>		<p>© AFNOR 1980 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays</p>

Afnor 80135

NF V 18-105 1^{er} Tirage 80-06

Animal feeding stuffs — Determination of water-soluble chlorides content
Futtermittel — Bestimmung von wasserlöslichem Chlorid

3 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

- 3.1 **Acétone,**
- 3.2 ***n*-hexane,**
- 3.3 **Acide nitrique concentré, $\rho_{20} = 1,38$ g/ml,**
- 3.4 **Charbon actif, exempt de chlorures et ne pouvant adsorber de chlorures.**
- 3.5 **Sulfate d'ammonium et de fer (III), solution saturée.**
- 3.6 **Solution de Carrez I.**
Dissoudre, dans de l'eau, 21,9 g d'acétate de zinc dihydraté $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}]$ et 3 g d'acide acétique cristallisable. Compléter à 100 ml avec de l'eau.
- 3.7 **Solution de Carrez II.**
Dissoudre, dans de l'eau, 10,6 g d'hexacyanoferrate (II) de potassium trihydraté : $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$. Compléter à 100 ml avec de l'eau.
- 3.8 **Thiocyanate d'ammonium ou de potassium, solution titrée 0,1 mol/l.**
- 3.9 **Nitrate d'argent, solution titrée à 0,1 mol/l.**

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

- 4.1 **Mélangeur culbuteur, fréquence de retournement d'environ 35 à 40 min⁻¹.**
- 4.2 **Fioles jaugées de 200 ml et 500 ml.**
- 4.3 **Pipettes, de capacité appropriée.**
- 4.4 **Burettes.**
- 4.5 **Balance analytique.**

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 PRISE D'ESSAI ET PRÉPARATION DE LA SOLUTION D'ESSAI

Selon la nature de l'échantillon, prendre une prise d'essai et préparer la solution d'essai comme spécifié en 5.1.1, 5.1.2 ou 5.1.3.

5.1.1 Échantillons exempts de matières organiques

Peser, à 1 mg près, une prise d'essai de 10 g maximum supposée ne contenir pas plus de 3 g de chlorures et l'introduire dans une fiole jaugée de 500 ml (4.2) avec 400 ml d'eau à environ 20 °C.

Mélanger durant 30 min dans le mélangeur culbuteur (4.1), compléter au trait-repère avec de l'eau, homogénéiser et filtrer.

5.1.2 Échantillons contenant des matières organiques, à l'exception des produits mentionnés en 5.1.3

Peser, à 1 mg près, une prise d'essai d'environ 5 g et l'introduire avec 1 g de charbon actif (3.4) dans une fiole jaugée de 500 ml (4.2). Ajouter 400 ml d'eau à environ 20 °C et 5 ml de solution de Carrez I (3.6), agiter et ajouter ensuite 5 ml de solution de Carrez II (3.7). Mélanger durant 30 min dans le mélangeur culbuteur (4.1), compléter au trait-repère avec de l'eau, homogénéiser et filtrer.

5.1.3 Aliments cuits, tourteaux et farine de lin, produits riches en farine de lin et autres produits riches en mucilages ou en substances colloïdales (par exemple amidon dextriné)

Opérer comme spécifié en 5.1.2, mais ne pas filtrer. Décanter (si nécessaire, centrifuger), prélever 100 ml du liquide surnageant et les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml (4.2). Mélanger avec de l'acétone (3.1), compléter au trait-repère avec ce solvant, homogénéiser et filtrer.

5.2 TITRAGE

Introduire, à l'aide d'une pipette (4.3), dans une fiole conique, une partie aliquote de 25 à 100 ml du filtrat (selon la teneur présumée en chlorures solubles dans l'eau) obtenu comme spécifié en 5.1.1, 5.1.2 ou 5.1.3. La partie aliquote ne doit pas contenir plus de 150 mg de chlore (Cl).

Amener, si nécessaire, à un volume d'au moins 50 ml avec de l'eau, ajouter 5 ml d'acide nitrique (3.3), 2 ml de solution saturée de sulfate d'ammonium et de fer (III) (3.5) et 2 gouttes de solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (3.8) à l'aide d'une burette (4.4) remplie jusqu'au trait de jauge zéro (le reste de la solution est ensuite utilisé pour le titrage de l'excès de nitrate d'argent).

Ajouter, à l'aide d'une burette (4.4), de la solution de nitrate d'argent (3.9) jusqu'à obtention d'un excès de 5 ml. Ajouter 5 ml d'hexane (3.2) et agiter fortement pour rassembler le précipité. Titrer l'excès de nitrate d'argent avec la solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (3.8) jusqu'à ce que le virage au rouge-brun persiste durant au moins 30 s.

NOTES 1 : Le titrage peut également être effectué par potentiométrie.

2 : Pour les farines de poisson, le titrage peut être effectué selon la méthode de Mohr.

5.3 ESSAI À BLANC

Effectuer un essai à blanc en parallèle avec la détermination, en utilisant le même mode opératoire et les mêmes réactifs, mais en omettant la prise d'essai.

5.4 NOMBRE DE DÉTERMINATIONS

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS**6.1 MODE DE CALCUL ET FORMULE**

6.1.1 Échantillons traités selon 5.1.1 ou 5.1.2

La teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en pourcentage en masse de chlorure de sodium, est égale à :

$$\frac{5,845 [(V_1 - V'_1) T_1 - (V_2 - V'_2) T_2]}{m} \times \frac{500}{V}$$

où :

- T_1 est le titre exact de la solution de nitrate d'argent (3.9) ;
- T_2 est le titre exact de la solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium (3.8) ;
- V est le volume, en millilitres, de la partie aliquote du filtrat prélevé (voir 5.2) ;
- V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent, ajouté au cours de la détermination ;
- V'_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent, ajouté au cours de l'essai à blanc ;
- V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium, utilisé pour la détermination ;
- V'_2 est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium ou de potassium, utilisé pour l'essai à blanc ;
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

6.1.2 Échantillons traités selon 5.1.3

La teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en pourcentage en masse de chlorure de sodium, est égale à :

$$\frac{5,845 [(V_1 - V'_1) T_1 - (V_2 - V'_2) T_2]}{m} \times \frac{1\,000}{V}$$

où :

$T_1, T_2, V_1, V'_1, V_2, V'_2$ et m ont la même signification qu'en 6.1.1.

6.1.3 Exprimer le résultat à :

- 0,05 % (m/m) près pour des teneurs en chlorure de sodium inférieures à 1 % (m/m) ;
- 0,1 % (m/m) près pour des teneurs en chlorure de sodium supérieures ou égales à 1 % (m/m).

6.2 RÉPÉTABILITÉ

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser :

- 0,05 (en valeur absolue) pour des teneurs en chlorure de sodium inférieures à 1 % (m/m) ;
- 5 % (en valeur relative) pour des teneurs en chlorure de sodium supérieures à 1 % (m/m).

7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente norme, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

METHODE D'EXTRACTION DU CHROME

(en vue du dosage par spectrophotométrie d'absorption atomique)

PRINCIPE

Le principe est basé sur une minéralisation par voie sèche des échantillons de contenus digestifs, puis reprise des cendres par un mélange d'acides sulfurique et orthophosphorique à chaud pour permettre l'oxydation du Cr et enfin dosage par spectrophotométrie d'absorption atomique.

REACTIFS

- acide orthophosphorique concentré (H_3PO_4 85% P/V)
- acide sulfurique concentré (H_2SO_4 96% P/V)
- solution de sulfate de manganèse ($MnSO_4$ 100 g/l)
- solution de bromate de potassium ($KBrO_3$ 45 g/l)
- mélange oxydant :
 - 260 ml H_3PO_4 concentré
 - 250 ml H_2SO_4 concentré
 - 50 ml $MnSO_4$
- compléter à 1 litre (eau distillée)

MODE OPERATOIRE

1. Minéralisation et reprise des cendres

1. Peser l'échantillon sec (0,3 à 0,5 g) dans un erlen de 50 ml
2. minéraliser au four (550°C, 12 h)
3. ajouter 6 ml du mélange oxydant
4. porter à ébullition

5. ajouter 3 ml de KBrO_3 (apparition d'une coloration violette) et maintenir à ébullition

pendant 3 minutes puis 4 à 5 minutes à chauffage doux.

6. après refroidissement, volumer à 50 ml (eau distillée) après filtration et lavage de l'eren.

7. filtrer et conserver les filtrats dans des flacons en plastique à température ambiante et à l'obscurité

2. Préparation des gammes

Les gammes de Cr sont préparées avec des échantillons de contenus digestifs de même nature que les échantillons à analyser, mais ne contenant pas de marqueurs (blancs). La solution étalon est ajoutée aux échantillons "blancs" avant minéralisation. La minéralisation et la reprise des cendres sont réalisées dans les mêmes conditions que celle des échantillons expérimentaux.

DOSAGE DU CHROME

PAR SPECTROMETRIE D' ABSORPTION ATOMIQUE

PREPARATION DES SOLUTIONS ETALONS

-**Solution mère** : solution à 1000 ppm. Référence 20.705.5 (100 ml) Aldrich Chemical company : Chromium (III) atomic absorption standard solution 1000 $\mu\text{g} / \text{ml}$ of Cr (III) in 1 wt % HCl d =1.010.

- **Solution fille** : solution à 50 ppm.

-Pipeter 5 ml qsp 100 ml avec l'eau distillée.

-**Solution de travail** : Il est important de préparer la gamme étalon avec la même matrice que les échantillons. Pour cela , minéraliser chaque point de gamme avec 500 mg d'un blanc.

- pipeter 0 ; 1 ; 2.5 ; 5 ; 7.5 ; 10 ml de la solution fille dans des erlens , ajouter le blanc et les traiter comme les échantillons. Récupérer dans des fioles jaugées de 50 ml. Les concentrations des différents point de gamme sont : 0 ; 1 ; 2.5 ; 5 ; 7.5 ; 10 ppm.

CONDITIONS OPERATOIRES

- **Courant de lampe** : maximum 15 mA. Travailler avec un de lampe 10 mA.

- **Longueur d'onde** : 357.9 nm.

- **Brûleur** : 100 mm

- **Flamme** : air - acétylène , débit 1.1 l par mn. L'appareil est réglé pour une flamme au protoxyde d'azote. Ne pas oublier de changer le gaz dans la méthode avant d'allumer la flamme ainsi que le débit. Une flamme réductrice est nécessaire (riche en oxydant , flamme plus chaude)

PASSAGE DES ECHANTILLONS

Tous les 10 échantillons passer un étalon (sa concentration doit être du même ordre de grandeur que celle des échantillons).

DOSAGE DES OLIGO-ÉLÉMENTS : FER, CUIVRE, MANGANÈSE, ZINC.**1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La méthode permet de doser les oligo-éléments fer, cuivre, manganèse et zinc dans les aliments des animaux. Les limites inférieures de détermination sont les suivantes :

fer (Fe)	20 mg/kg
cuivre (Cu)	10 mg/kg
manganèse (Mn)	20 mg/kg
zinc (Zn)	20 mg/kg

2. PRINCIPE

L'échantillon est mis en solution dans l'acide chlorhydrique après destruction éventuelle des matières organiques. Les éléments fer, cuivre, manganèse et zinc sont déterminés, après dilution appropriée, par spectrométrie d'absorption atomique.

3. RÉACTIFS**Remarques préliminaires**

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions requises au cours de l'analyse doit être exempte des cations à déterminer. Elle est obtenue soit par double distillation de l'eau dans un appareil en borosilicate ou en quartz, soit par double permutaion sur résine échangeuse d'ions.

Les réactifs doivent être au moins de qualité « pour analyse » (p.a.). L'absence de l'élément à déterminer doit être contrôlée par un essai à blanc. Si nécessaire, les réactifs seront soumis à une purification plus poussée.

Les solutions étalons décrites ci-après peuvent être remplacées par des solutions étalons commerciales à condition que celles-ci soient garanties et contrôlées avant l'emploi.

- 3.1. Acide chlorhydrique p.a., d : 1,19.
- 3.2. Acide chlorhydrique p.a., 6 N.
- 3.3. Acide chlorhydrique p.a., 0,5 N.
- 3.4. Acide fluorhydrique à 38 - 40 % (v/v), ayant une teneur en fer inférieure à 1 mg/l et dont le résidu d'évaporation est inférieur à 10 mg (exprimés en sulfates)/l.
- 3.5. Acide sulfurique p.a., d : 1,84.
- 3.6. Eau oxygénée p.a., à 100 vol. environ d'oxygène (30 % en poids).
- 3.7. Solution étalon de fer (1000 µg Fe/ml) : dissoudre 1 g de fer en fil p.a. dans 200 ml d'acide chlorhydrique 6 N (3.2), ajouter 16 ml d'eau oxygénée (3.6.) et compléter à 1 l par de l'eau.
- 3.7.1. Solution étalon de travail (100 µg Fe/ml) : diluer la solution étalon (3.7) à 1 + 9 par de l'eau.
- 3.8. Solution étalon de cuivre (100 µg Cu/ml) : dissoudre 1 g de cuivre en poudre p.a. dans 25 ml d'acide chlorhydrique 6 N (3.2), ajouter 5 ml d'eau oxygénée (3.6) et compléter à 1 l par de l'eau.
- 3.8.1. Solution étalon de travail (10 µg Cu/ml) : diluer la solution étalon (3.8) à 1 + 9 par de l'eau ; diluer ensuite la solution obtenue à 1 + 9 par de l'eau.
- 3.9. Solution étalon de manganèse (1 000 µg Mn/ml) : dissoudre 1 g de manganèse en poudre p.a. dans 25 ml d'acide chlorhydrique 6 N (3.2) et compléter à 1 l par de l'eau.
- 3.9.1. Solution étalon de travail (10 µg Mn/ml) : diluer la solution étalon (3.9) à 1 + 9 par de l'eau ; diluer ensuite la solution obtenue à 1 + 9 par de l'eau.
- 3.10. Solution étalon de zinc (1 000 µg Zn/ml) : dissoudre 1 g de zinc en ruban ou en plaque p.a. dans 25 ml d'acide chlorhydrique 6 N (3.2) et compléter à 1 l par de l'eau.
- 3.10.1. Solution étalon de travail (10 µg Zn/ml) : diluer la solution étalon (3.10) à 1 + 9 par de l'eau ; diluer ensuite la solution obtenue à 1 + 9 par de l'eau.
- 3.11. Solution de chlorure de lanthane : dissoudre 12 g d'oxyde de lanthane dans 150 ml d'eau, ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique 6 N (3.2) et compléter à 1 l par de l'eau.

4. APPAREILLAGE

- 4.1. Four à moufle, à température réglable et contrôlée.
- 4.2. Verrerie en borosilicate, résistante. Il est recommandé d'utiliser un matériel servant exclusivement aux dosages des oligo-éléments.
- 4.3. Capsules de platine et, éventuellement, de quartz.
- 4.4. Spectrophotomètre d'absorption atomique, répondant aux exigences de la méthode en ce qui concerne la sensibilité et la précision dans la gamme des mesures utiles.

5. MODE OPÉRATOIRE

5.1. Échantillon contenant des composés organiques

5.1.1. Incinération et préparation de la solution à analyser (*)

- i) Placer 5 à 10 g de l'échantillon, pesés à 0,2 mg près, dans une capsule de quartz ou de platine (4.3) [voir note b)] sécher à l'étuve à 105 °C et introduire la capsule dans le four à moufle (4.1) froid. Fermer le four [voir note c)] et élever progressivement sa température pour atteindre 450 à 475 °C en 90 minutes environ. Maintenir cette température durant 4 à 16 h (par exemple, durant la nuit) de façon à éliminer la matière carbonneuse, ouvrir ensuite le four et laisser refroidir [voir note d)].

Humecter les cendres avec de l'eau, puis les transvaser dans un becher de 250 ml. Rincer la capsule à l'aide de 5 ml d'acide chlorhydrique (3.1) et transvaser lentement et avec précaution la solution de rinçage dans le becher (une réaction violente peut se produire par formation de CO₂). Ajouter ensuite goutte à goutte de l'acide chlorhydrique (3.1), tout en remuant le contenu du becher, jusqu'à cessation de l'effervescence. Évaporer à sec en remuant périodiquement à l'aide d'une tige de verre.

Ajouter au résidu 15 ml d'acide chlorhydrique 6 N (3.2) et ensuite 120 ml environ d'eau. Mélanger à l'aide d'une tige de verre, laisser celle-ci dans le becher et recouvrir d'un verre de montre. Porter le liquide à ébullition douce et maintenir l'ébullition jusqu'à ce que les cendres ne se dissolvent apparemment plus. Filtrer sur un papier filtre sans cendres et recueillir le filtrat dans un ballon jaugé de 250 ml. Laver le becher et le filtre avec 5 ml d'acide chlorhydrique 6 N (3.2) chaud et à deux reprises avec de l'eau bouillante. Compléter au volume par de l'eau (la concentration en HCl est de 0,5 N environ).

- ii) Si le résidu se trouvant dans le filtre apparaît noir (charbonneux), le placer à nouveau dans le four et incinérer à 450 – 475 °C. Cette incinération, qui requiert seulement quelques heures (3 à 5 heures environ), est complétée lorsque les cendres apparaissent blanches ou presque blanches. Dissoudre le résidu dans 2 ml environ d'acide chlorhydrique (3.1), évaporer à sec et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique 6 N (3.2). Chauffer, filtrer la solution dans le ballon jaugé et compléter au volume avec de l'eau (la concentration en HCl est de 0,5 N environ).

Notes :

- a) Lors du dosage des oligo-éléments, il y a lieu d'attirer l'attention sur les risques de contamination, notamment par le zinc, le cuivre et le fer. C'est pourquoi les instruments utilisés pour la préparation des échantillons doivent être exempts de ces métaux.
Pour réduire les risques de contamination, il convient de travailler en atmosphère exempte de poussières avec un matériel rigoureusement propre et une verrerie soigneusement lavée. Le dosage du zinc est particulièrement sensible aux contaminations provenant notamment de la verrerie, des réactifs, de la poussière, etc.
- b) Calculer le poids de l'échantillon à incinérer en fonction de la teneur approximative de l'aliment en oligo-élément à doser et de la sensibilité du spectrophotomètre utilisé. Pour certains aliments pauvres en oligo-éléments, il peut être nécessaire de prélever un échantillon de 10 à 20 g et de limiter le volume de la solution finale à 100 ml.
- c) Incinérer dans un four fermé sans injection d'air ou d'oxygène.
- d) La température indiquée par le pyromètre ne doit pas dépasser 475 °C.

(*) Les fourrages verts (frais ou déshydratés) sont susceptibles de contenir de grandes quantités de silice végétale pouvant retenir des oligo-éléments et qui doivent être éliminés. Les échantillons de ces aliments doivent être soumis au traitement suivant. Effectuer l'opération 5.1.1 i) jusqu'au stade de la filtration. Laver le papier filtre contenant le résidu insoluble à deux reprises avec de l'eau bouillante et le placer dans une capsule de platine (4.3). Incinérer dans le four à moufle (4.1) à une température inférieure à 550 °C jusqu'à ce que toute la matière carbonneuse ait complètement disparu. Laisser refroidir, ajouter quelques gouttes d'eau puis 10 à 15 ml d'acide fluorhydrique (3.4) et évaporer à sec à 150 °C environ. Si le résidu contient encore de la silice, dissoudre celle-ci dans quelques ml d'acide fluorhydrique (3.4) et évaporer à sec. Ajouter 5 gouttes d'acide sulfurique (3.5) et chauffer jusqu'à disparition des fumées blanches. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique 6 N (3.2) et 30 ml environ d'eau, chauffer, filtrer la solution dans un ballon jaugé de 250 ml et compléter au volume par de l'eau (la concentration en HCl est de 0,5 N environ). Poursuivre le procédé à partir du point 5.1.3.

5.1.2. *Détermination spectrophotométrique*

5.1.2.1. Préparation des solutions d'étalonnage

Préparer pour chaque oligo-élément à doser une gamme de solutions d'étalonnage à partir des solutions étalons de travail 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1 et 3.10.1, de façon que chaque solution d'étalonnage ait une concentration en HCl de 0,5 N environ et, dans le cas du fer, du manganèse et du zinc, une concentration en chlorure de lanthane correspondant à 0,1 % de lanthane (p/v). Les concentrations choisies en oligo-éléments doivent se trouver dans la zone de sensibilité du spectrophotomètre utilisé. Les tableaux ci-après donnent, à titre d'exemple, des types de composition de solution d'étalonnage ; selon le type et la sensibilité du spectrophotomètre utilisé, il peut être nécessaire de choisir d'autres concentrations.

Fer

$\mu\text{g Fe/ml}$	0	0,5	1	2	3	4	5
ml de solution étalon de travail (3.7.1) (1 ml = 100 $\mu\text{g Fe}$) + ml HCl 6 N (3.2)	0 7	0,5 7	1 7	2 7	3 7	4 7	5 7

+ 10 ml de solution de chlorure de lanthane (3.11); compléter à 100 ml par de l'eau.

Cuivre

$\mu\text{g Cu/ml}$	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
ml de solution étalon de travail (3.8.1) (1 ml = 10 $\mu\text{g Cu}$) + ml HCl 6 N (3.2)	0 8	1 8	2 8	4 8	6 8	8 8	10 8

Compléter à 100 ml par de l'eau.

Manganèse

$\mu\text{g Mn/ml}$	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
ml de solution étalon de travail (3.9.1) (1 ml = 10 $\mu\text{g Mn}$) + ml HCl 6 N (3.2)	0 7	1 7	2 7	4 7	6 7	8 7	10 7

+ 10 ml de solution de chlorure de lanthane (3.11); compléter à 100 ml par de l'eau.

Zinc

$\mu\text{g Zn/ml}$	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8
ml de solution étalon de travail (3.10.1) (1 ml = 10 $\mu\text{g Zn}$) + ml HCl 6 N (3.2)	0 7	0,5 7	1 7	2 7	4 7	6 7	8 7

+ 10 ml de solution de chlorure de lanthane (3.11); compléter à 100 ml par de l'eau.

5.1.2.2. Préparation de la solution à analyser

Pour le dosage du cuivre, la solution préparée selon 5.1.1 peut, en règle générale, être utilisée directement. S'il est nécessaire d'amener sa concentration dans la gamme des concentrations des solutions d'étalonnage, une partie aliquote peut être introduite à la pipette dans un ballon jaugé de 100 ml et complétée au volume par de l'acide chlorhydrique 0,5 N (3.3).

Pour le dosage du fer, du manganèse et du zinc, introduire à la pipette une portion aliquote de la solution préparée selon 5.1.1 dans un ballon jaugé de 100 ml; ajouter 10 ml de solution de chlorure de lanthane (3.11) et compléter au volume par de l'acide chlorhydrique 0,5 N (3.3) (voir aussi point 8 « Observation »).

5.1.2.3. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc comportant toutes les étapes prescrites du mode opératoire, en excluant la présence de l'échantillon.

La solution d'étalonnage « O » ne doit pas être utilisée comme « blanc ».

5.1.2.4. Mesure de l'absorption atomique

Mesurer l'absorption des solutions d'étalonnage et de la solution à analyser, en utilisant une flamme oxydante air-acétylène, aux longueurs d'onde ci-après :

Fe 248,3 nm

Cu 324,8 nm

Mn 279,5 nm

Zn 213,8 nm.

Effectuer chaque mesure quatre fois.

5.2. Composés minéraux

En l'absence de matière organique, l'incinération préalable est inutile. Appliquer le mode opératoire à partir du deuxième paragraphe du point 5.5.1 i). L'évaporation en présence d'acide fluorhydrique peut être omise.

6. CALCUL DES RÉSULTATS

Calculer la concentration en oligo-éléments dans la solution à analyser à l'aide d'une courbe d'étalonnage et exprimer le résultat en mg d'oligo-élément par kg d'échantillon (ppm).

7. RÉPÉTABILITÉ

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées sur le même échantillon par le même analyste ne devrait pas dépasser :

— 5 mg/kg, en valeur absolue, pour les teneurs en oligo-éléments concernés allant jusqu'à 50 mg/kg,

— 10 % du résultat le plus élevé pour les teneurs supérieures à 50 et jusqu'à 100 mg/kg,

— 10 mg/kg, en valeur absolue, pour les teneurs supérieures à 100 et jusqu'à 200 mg/kg,

— 5 % du résultat le plus élevé pour les teneurs supérieures à 200 mg/kg.

8. OBSERVATION

La présence de grandes quantités de phosphates peut interférer dans le dosage du fer, du manganèse et du zinc. Cette interférence doit être corrigée par addition de solution de chlorure de lanthane (3.11). Cependant, si l'échantillon a un rapport pondéral $\frac{Ca + Mg}{P} > 2$, l'addition de solution de chlorure de lanthane (3.11) à la solution à analyser et aux solutions d'étalonnage peut être omise.

Annexe 6 - La méthode Nutring

NUTRING
Nutrition & Développements

CONTROLE MICROTRACEURS avec DETECTEUR ROTATIF

MODE OPERATOIRE

- 1) Mettre le détecteur rotatif sous tension.
- 2) Placer le petit filtre sur l'aimant rotatif.
- 3) Mettre le détecteur rotatif en action.
- 4) Verser doucement la poudre dans l'entonnoir.
- 5) Enlever le filtre en prenant le soin de ne pas perdre de matière.
- 6) Déverser la collecte présente sur le filtre dans une coupelle en verre de faible épaisseur en chassant toutes les particules avec un petit pinceau.
- 7) Démagnétiser les traceurs dans la coupelle :
 - brancher le démagnétiseur. Le mettre en fonctionnement en appuyant sur l'interrupteur.
 - mettre la coupelle en contact avec l'extrémité du démagnétiseur puis l'élever assez brutalement. Répéter l'opération 4 à 5 fois.
- 8) Imbiber un grand filtre (diamètre 25 cm environ) avec de l'alcool à 70°C.
- 9) Verser le contenu de la coupelle sur le filtre imbibé en s'assurant d'une répartition des particules sur l'ensemble de la surface. Nettoyer la surface de la coupelle avec un pinceau.
- 10) Placer le filtre sur une plaque chauffante jusqu'à ce qu'il soit sec.
- 11) Secouer le filtre pour chasser toutes les particules.
- 12) Compter les tâches colorées en les entourant d'un rond.
- 13) Interpréter les résultats en tenant compte que les traceurs sont soumis aux règles statistiques de la loi de poisson.

*** si le contrôle est fait sur aliment granulé, il est nécessaire de réduire en farine fine. Un broyeur de laboratoire, voire un moulin à café sont à utiliser.**

Annexe 6 - La méthode Nutring



MICROTRACEUR F

DESCRIPTION

Un "marqueur" non nutritionnel, utilisé pour identifier l'utilisation d'un pré-mix dans un aliment fini pour contrôler les capacités de mélange, pour tester le rinçage d'une installation de fabrication de produits médicamenteux.

SPECIFICATIONS DU PRODUIT

FORMULATION : produit uniforme composé au minimum de 98 % de particules de fer, 1 % au minimum de colorant alimentaire, et de traces de carbonate de calcium.

ODEUR : légèrement métallique.

STABILITE : produit stable au moins 5 ans dans son conditionnement d'origine. Le produit est hygroscopique et peut reprendre en masse avec l'humidité atmosphérique. Stocker dans un endroit sec et frais.

COULEURS

Orange, vert, jaune, rouge et violet.

DENSITE

aux environs de 7.8.

QUANTITE DE PARTICULES

25 000 par gramme 10%

CONDITIONNEMENT

Fût métallique de 20 kg net avec sacherie polyéthylène.

TAILLE DES PARTICULES

99 % passe au tamis 40 mesh (420 microns) et moins de 1% passe au tamis de 120 mesh (120 microns).

MT 7

■ Adresse bureau : Espace Sérigné - 18, Z.A. La Rigourdière - 35510 Cesson-Sévigné - FRANCE - Tél. 99 83 37 20 - Fax 99 83 74 39

A61

ANNEXE B

Calcul de la teneur en oligo-éléments d'un mélange

Formule de base

Matière première	Quantité (kg)	Taux
Sulfate de manganèse	0,150	0,01%
Oxyde de zinc	0,125	0,01%
sulfate de cuivre	0,400	0,04%
carbonate de calcium	20,000	1,98%
chlorure de sodium	5,000	0,50%
Blé	204,275	20,22%
Maïs	400,000	39,60%
Pois	200,000	19,80%
Tourteau de soja	170,000	16,83%
	0,100	0,01%
	5,000	0,50%
	5,000	0,50%
TOTAL	1010,05	100%

Teneur en:	Dans la formule	Par kg de formule
Ca (g)	8483	8,4
Cl (g)	3613	3,6
Cu (mg)	104234	103
Mn (mg)	54971	54
Zn (mg)	120703	120
Fe (mg)	36214	36

Apports par la formule

	Ca (g)	Cl (g)	Cu (mg)	Mn (mg)	Zn (mg)	Fer (mg)
Avoine	0	0	0	0	0	0
Blé	142,9925	163,42	1634,2	8171	6128,25	10213,75
Farine luzerne	0	0	0	0	0	0
Farine poisson	0	0	0	0	0	0
Graine colza	0	0	0	0	0	0
Graine soja Extrudée	0	0	0	0	0	0
Graine tournesol	0	0	0	0	0	0
Huile colza	0	0	0	0	0	0
Maïs	120	200	1200	2800	8000	12000
Mélasses Betterave	0	0	0	0	0	0
Mélasses Canne	0	0	0	0	0	0
Orge	0	0	0	0	0	0
Pois	220	220	1400	2000	6200	14000
Pulpes betterave	0	0	0	0	0	0
Remoulage	0	0	0	0	0	0
Son	0	0	0	0	0	0
Tourteau colza	0	0	0	0	0	0
Tourteau soja	0	0	0	0	0	0
Tourteau tournesol	0	0	0	0	0	0
Phosphate bicalcique	0	0	0	0	0	0
Sulfate de manganèse	0	0	0	42000	0	0
Sulfate de cuivre	0	0	100000	0	0	0
Oxyde de zinc	0	0	0	0	100375	0
Oxyde de chrome	0	0	0	0	0	0
Chlorure de sodium	0	3030	0	0	0	0
Acide propionique	0	0	0	0	0	0
Particules métalliques	0	0	0	0	0	0
Carbonate de Calcium	8000	0	0	0	0	0
TOTAL	8482,9925	3613,42	104234,2	54971	120703,25	36213,75

Zinc

Teneur en matières premières

Unité: ppm ou mg/kg

Apport classique ou recommandé par kg aliment P.C.	100
Teneur maximale légale	250

Libellé Matière première	Source I.N.R.A.			Source IO7		Source U.S.A.	Valeur retenue pour le calcul
	Moyenne	Min	Max	Moyenne	Ecart-type		
Avoine	25			23,77	3,84	34-38	25
Blé		15	50	27,32	8,93	28-47	30
Farine luzerne	20			19,56	5,63	21-24	20
Farine poisson		100	150	85,27	107,21	90	100
Graine colza	0						0
Graine soja Extrudée	40			42,55	0,35	39	40
Graine tournesol				48,1	3,49		48
Huile colza							0
Maïs	20			19,26	4,95	18	20
Mélasse Betterave	25						25
Mélasse Canne	15			12,87	0		15
Orge	20			33,19	27,68	27	25
Pois	40			31,31	2,5	23	31
Pulpes betterave		1	30	18,63	8,89		18
Remoulage	80			86,71			80
Son	75			74	28,54		75
Tourteau colza				58,43	4,93		58
Tourteau soja	50			49	7		50
Tourteau tournesol	80			76	15	98	80
Phosphate bicalcique							0
Sulfate de manganèse							0
Sulfate de cuivre							0
Oxyde de zinc	803000						803000
Oxyde de chrome							0
Chlorure de sodium							0
Acide propionique							0
Particules métalliques							0
Carbonate de Calcium							0

Manganèse**Teneur en matières premières**

Unité: ppm ou mg/kg

Apport classique ou recommandé par kg aliment P.C.	40
Teneur maximale légale	250

Libellé Matière première	Source I.N.R.A.			Source IO7		Source U.S.A.	Valeur retenue pour le calcul
	Moyenne	Min	Max	Moyenne	Ecart-type		
Avoine	40			34,24	4,75	32-43	40
Blé	40			33	10	37	40
Farine luzerne	40			36		32-42	40
Farine poisson		10	35	15,6	4,6	12	20
Graine colza		0	55	40,75	9,55		40
Graine soja Extrudée	25			13,75		30	18
Graine tournesol				16,5	2		16
Huile colza							0
Maïs	6	3	10	8,67	23,87	7	7
Mélasse Betterave		5	20	70	30		15
Mélasse Canne	45			58			50
Orge	15			22	4		17
Pois	10			7,96		23	10
Pulpes betterave		20	80	70	18		70
Remoulage	80	60	110	76			80
Son				102	34		100
Tourteau colza	0			59,18	8,5		30
Tourteau soja		25	145	37	9		35
Tourteau tournesol	30			30	10	35	30
Phosphate bicalcique							0
Sulfate de manganèse		250000	320000				280000
Sulfate de cuivre							0
Oxyde de zinc							0
Oxyde de chrome							0
Chlorure de sodium							0
Acide propionique							0
Particules métalliques							0
Carbonate de Calcium							0

Cuivre

Teneur en matières premières

Unité: ppm ou mg/kg

Apport classique ou recommandé par kg aliment P.C.	10
Teneur maximale légale	100

en tant que facteur de croissance

Libellé Matière première	Source I.N.R.A.			Source IO7		Source U.S.A.	Valeur retenue pour le calcul
	Moyenne	Min	Max	Moyenne	Ecart-type		
Avoine	5			2,66	0,83	04-janv	5
Blé	8			4,64	1,55	8	8
Farine luzerne	8			6,08	1,14	10	8
Farine poisson	8	5	8	10,97	10,5	6	8
Graine colza	0			5,35	3,32		1
Graine soja Extrudée	15			13,47	0	16	15
Graine tournesol				15,57	1,96		15
Huile colza				300	0		300
Maïs	3			1,64		3	3
Mélasses Betterave		5	18	3,81	0,9		6
Mélasses Canne		1	60	4,08	0		10
Orge	7			5,1	2,59		7
Pois	7			11,27	5,66	9	7
Pulpes betterave	10	5	15	5,22	2,04		7
Remoulage	10	5	20	14,04			12
Son	10			17,1	13,74		10
Tourteau colza	0			8,56	1,27		5
Tourteau soja	20			17,29	3,43	20	18
Tourteau tournesol	25			37,21	21,05		25
Phosphate bicalcique				40,47	45,3		0
Sulfate de manganèse							0
Sulfate de cuivre	398000						250000
Oxyde de zinc							0
Oxyde de chrome							0
Chlorure de sodium							0
Acide propionique							0
Particules métalliques							0
Carbonate de Calcium							0

Fer**Teneur en matières premières**

Unité: ppm ou mg/kg

Apport classique ou recommandé par kg aliment P.C.	80
Teneur maximale légale	1250

Libellé Matière première	Source I.N.R.A.			Source IO7		Source U.S.A.	Valeur retenue pour le calcul
	Moyenne	Min	Max	Moyenne	Ecart-type		
Avoine	80			159,2	0	85	85
Blé	55			46,69	16,13	62	50
Farine luzerne		230	270	325,05	7,07	330	280
Farine poisson		250	350	474,56	462,51	300	300
Graine colza	0			85,49	5,33		0
Graine soja Extrudée	90					80	85
Graine tournesol							0
Huile colza							0
Maïs	30			30,7	11,54	29	30
Mélasse Betterave		50	150				100
Mélasse Canne	250						250
Orge	80			38,1	17,36		50
Pois	75			69,49	40,49	65	70
Pulpes betterave	450			600			500
Remoulage	100						100
Son	170			143,01	31,69		160
Tourteau colza	160			171,6	40,08		160
Tourteau soja	150			248,98	148,22	176	175
Tourteau tournesol	30			135,05	30,77	200	130
Phosphate bicalcique							0
Sulfate de manganèse							0
Sulfate de cuivre							0
Oxyde de zinc							0
Oxyde de chrome							0
Chlorure de sodium							0
Acide propionique							0
Particules métalliques							0
Carbonate de Calcium							0

Chlore**Teneur en matières premières**

Unité: %

Libellé Matière première	Source I.N.R.A.			Source IO7		Source U.S.A.	Valeur retenue pour le calcul
	Moyenne	Min	Max	Moyenne	Ecart-type (%)		
Avoine	0,1			0,09	0	0,1	0,1
Blé	0,06			0,08	0,03	0,09	0,08
Farine luzerne		0,35	0,48	0,56	0,21	0,47	0,45
Farine poisson		1	1,3	1,52	0,64	1,02	1
Graine colza	0			0,07	0,05		0
Graine soja Extrudée	0,02			0,05	0,05	0,03	0,03
Graine tournesol				0,07	0,04		0,07
Huile colza							
Maïs	0,05			0,05	0,02	0,08	0,05
Mélasses Betterave	1,3			0,47	0,29		0,7
Mélasses Canne	2			1,45	0,58		1,75
Orge	0,14			0,12	0,02	0,12	0,12
Pois				0,11	0,04	0,05	0,11
Pulpes betterave				0,12	0,07		0,12
Remoulage							0
Son				0,09	0,02		0,1
Tourteau colza				0,08	0,01		0,08
Tourteau soja	0			0,03	0,02	0,05	0,02
Tourteau tournesol	0,11			0,13	0,03	0,13	0,12
Phosphate bicalcique							0
Sulfate de manganèse							0
Sulfate de cuivre							0
Oxyde de zinc							0
Oxyde de chrome							0
Chlorure de sodium	60,6						60,6
Acide propionique							0
Particules métalliques							0
Carbonate de Calcium							0

Calcium**Teneur en matières premières**

Unité: %

Libellé Matière première	Source I.N.R.A.			Source IO7		Source U.S.A.	Valeur retenue pour le calcul
	Moyenne	Min	Max	Moyenne	Ecart-type		
Avoine	0,08			0,11	0,05	0,07	0,08
Blé	0,06			0,07	0,04	0,12	0,07
Farine luzerne				1,72	0,45		1,72
Farine poisson		2,7	6,3	4,44	1,51	3,93	4
Graine colza							0
Graine soja Extrudée	0,25			0,34	0,11	0,25	0,25
Graine tournesol				0,28	0,12		0,28
Huile colza							0
Maïs	0,01			0,04	0,04	0,03	0,03
Mélasse Betterave	0,25			0,12	0,09		0,2
Mélasse Canne	0,7			0,73	0,14		0,7
Orge	0,05			0,06	0,03	0,04	0,05
Pois				0,12	0,06	0,11	0,11
Pulpes betterave				1,4	0,41		1,4
Remoulage				0,12	0,1		0,12
Son				0,17			0,17
Tourteau colza				0,75	0,11		0,75
Tourteau soja	0,3			0,33	0,08	0,32	0,32
Tourteau tournesol				0,39	0,11	0,37	0,38
Phosphate bicalcique				19,1			19,1
Sulfate de manganèse							0
Sulfate de cuivre							0
Oxyde de zinc							0
Oxyde de chrome							0
Chlorure de sodium							0
Acide propionique							0
Particules métalliques							0
Carbonate de Calcium	40						40

ANNEXE C

TABLEAU A										
CALCIUM										
Teneur attendue = 8,4 g/kg										
n°mélangeuse										
n° échantillon	A	B	C	D	E	Moyenne	ET	CV	Biais	
1	4,51	3,20	3,95	5,15	4,15	4,2	0,7	17	0,25095329	
2	6,93	5,40	4,50	4,65	5,10	5,3	1,0	18	0,13479388	
3	10,85	10,65	9,05	9,55	10,80	10,2	0,8	8	0,04490363	
4	11,10	11,75	12,80	11,60	11,25	11,7	0,7	6	0,15433673	
5	11,20	11,25	12,10	12,50	12,55	11,9	0,7	6	0,17560091	
6	10,35	11,05	13,25	12,25	13,50	12,1	1,4	11	0,19192744	
7	10,50	11,40	12,40	12,75	12,70	12,0	1,0	8	0,17860686	
8	10,45	11,05	12,95	11,80	12,00	11,7	1,0	8	0,14969529	
9	10,25	11,75	12,95	11,85	11,20	11,6	1,0	9	0,14512472	
10	9,70	10,85	12,65	11,80	10,95	11,2	1,1	10	0,11031888	
MOY10	9,58	9,84	10,66	10,39	10,42			10,18	0,39	B10
ET10	2,16	2,98	3,60	3,02	3,18			2,93		
ET10/MOY10								0,29		
VAR10	4,66	8,90	12,93	9,13	10,12			29		
MOY7	10,51	11,30	12,73	12,08	12,02			11,73	0,40	B7
ET7	0,51	0,35	0,38	0,43	0,94			0,94		
ET7/MOY7								0,08		
VAR7	0,26	0,12	0,15	0,18	0,89			8		

TABLEAU B

CHROME

Teneur attendue = 52 mg/kg

n°mélangeuse

n° échantillon	A	B	C	D	E	Moyenne	Ecart-type	CV	Biais	
1	23,5	18,6	8,3	14,9	19,1	16,9	5,7	34	0,45614438	
2	47,3	13,6	37,5	29,0	44,5	34,4	13,6	40	0,11481672	
3	67,5	45,9	44,3	66,2	76,3	60,0	14,2	24	0,02390592	
4	74,3	66,9	81,1	58,8	71,6	70,5	8,3	12	0,12711967	
5	63,0	81,4	69,4	60,0	66,4	68,0	8,3	12	0,09514852	
6	65,4	76,8	69,5	54,1	64,7	66,1	8,3	12	0,07352441	
7	58,6	78,9	69,7	50,3	64,9	64,5	10,9	17	0,0576	
8	53,7	80,1	68,2	69,0	69,4	68,1	9,4	14	0,09562367	
9	59,8	85,0	26,6	68,4	70,2	62,0	21,8	35	0,03698225	
10	63,3	76,9	31,9	67,8	66,7	61,3	17,2	28	0,03212367	
MOY10	57,64	62,41	50,65	53,85	61,38			57,19	0,33	B10
ET10	14,10	26,81	24,13	18,25	17,06			20,07		
ET10/MOY10								0,35		
CV10	24	43	48	34	28			35,35		
MOY7	62,59	78,00	59,49	61,20	67,70			65,79	0,27	B7
ET7	6,43	5,65	21,17	7,45	2,70			8,68		
ET7/MOY7								0,13		
CV7	10	7	36	12	4			13,85		

TABLEAU C										
CHLORURE										
Teneur attendue = 5,83 g/kg										
n°mélangeuse										
n° échantillon	A	B	C	D	E	Moyenne	ET	CV	Biais	
1	3,15	2,60	2,30	2,22	2,30	2,5	0,4	15	0,32351315	
2	5,79	3,68	3,81	3,12	4,27	4,1	1,0	24	0,0846281	
3	5,63	5,68	5,14	6,09	7,39	6,0	0,9	14	0,000716	
4	5,46	5,90	5,75	6,25	5,42	5,8	0,3	6	0,00016111	
5	5,74	5,08	5,82	5,91	5,33	5,6	0,4	6	0,00189815	
6	4,81	5,57	5,82	6,33	6,21	5,7	0,6	11	0,00019783	
7	4,52	5,47	6,93	6,13	5,80	5,8	0,9	15	0,00010592	
8	6,02	4,82	5,56	5,65	6,51	5,7	0,6	11	0,00040966	
9	5,13	6,09	6,67	6,60	5,66	6,0	0,6	11	0,00117685	
10	4,70	5,38	5,99	5,91	5,92	5,6	0,5	10	0,00183884	
MOY10	5,10	5,03	5,38	5,42	5,48			5,28	0,20	B10
ET10	0,85	1,09	1,37	1,49	1,38			1,22		
ET10/MOY								0,23		
CV10	17	22	26	27	25			23		
MOY7	5,20	5,47	6,08	6,11	5,84			5,74	0,03	B7
ET7	0,56	0,44	0,52	0,32	0,42			0,56		
ET7/MOY								0,10		
CV7	11	8	8	5	7			10		

TABLEAU D										
CUIVRE										
Teneur attendue = 103 mg/kg										
n°mélangeuse										
n° échantillon	A	B	C	D	E	Moyenne	ET	CV	Biais	
1	39,53	24,49	35,74	32,73	27,42	32,0	6,1	19	0,47540356	
2	66,98	22,93	95,13	54,88	73,92	62,8	26,6	42	0,15256988	
3	110,19	71,30	115,40	127,05	117,44	108,3	21,6	20	0,00262383	
4	104,58	121,71	116,00	114,72	93,77	110,2	11,0	10	0,00482688	
5	94,78	117,07	108,26	105,51	109,69	107,1	8,1	8	0,00155527	
6	89,52	106,56	122,08	104,55	119,84	108,5	13,2	12	0,00286173	
7	92,10	105,95	108,83	95,21	100,09	100,4	7,0	7	0,00061967	
8	101,83	107,75	102,47	101,65	110,65	104,9	4,1	4	0,00032962	
9	93,73	122,22	109,27	108,77	99,83	106,8	10,8	10	0,00133544	
10	82,39	126,16	106,38	96,23	104,52	103,1	16,0	15	1,7434E-06	
MOY10	87,56	92,61	101,96	94,13	95,72			94,40	0,25	B10
ET10	20,76	39,44	24,44	28,54	27,34			27,99		
ET10/MOY10								0,30		
CV10	24	43	24	30	29			30		
MOY7	94,13	115,35	110,47	103,81	105,48			105,85	0,04	B7
ET7	7,44	8,47	6,52	6,87	8,66			10,18		
ET7/MOY7								0,10		
CV7	8	7	6	7	8			10		

TABLEAU E										
MANGANESE										
Teneur attendue = 55 mg/kg										
n° mélangeuse										
n° échantillon	A	B	C	D	E	Moyenne	ET	CV	Biais	
1	31,61	28,15	31,42	30,34	29,45	30,2	1,4	5	0,2034174	
2	44,54	14,09	53,62	40,63	50,58	40,7	15,7	39	0,06767566	
3	70,11	50,78	64,66	73,26	72,92	66,3	9,4	14	0,04255594	
4	65,99	77,05	65,04	73,29	61,24	68,5	6,5	9	0,06044446	
5	61,40	70,91	67,29	68,79	67,10	67,1	3,5	5	0,048384	
6	60,42	72,00	72,25	69,12	73,94	69,5	5,4	8	0,06994582	
7	59,29	71,55	70,86	74,04	64,24	68,0	6,1	9	0,05583339	
8	62,16	70,52	71,71	69,32	70,14	68,8	3,8	6	0,06268195	
9	62,16	72,88	71,37	70,53	69,17	69,2	4,2	6	0,06686456	
10	58,03	70,08	64,09	65,65	65,08	64,6	4,3	7	0,03037732	
MOY10	57,57	59,80	63,23	63,50	62,39			61,30	0,27	B10
ET10	11,25	21,79	12,49	15,17	13,37			14,82		
ET10/MOY10								0,24		
CV10	20	36	20	24	21			24		
MOY7	61,35	72,14	68,94	70,11	67,27			67,96	0,24	B7
ET7	2,55	2,36	3,41	2,86	4,22			4,75		
ET7/MOY7								0,07		
CV7	4	3	5	4	6			7		

TABLEAU F										
ZINC										
Teneur attendue = 120 mg/kg										
n° mélangeuse										
n° échantillon	A	B	C	D	E	Moyenne	ET	CV	Biais	
1	77,02	57,39	64,99	65,13	60,59	65,0	7,4	11	0,20988615	
2	98,72	46,21	112,42	84,09	104,07	89,1	26,1	29	0,06629767	
3	146,25	99,90	131,93	139,16	148,71	133,2	19,7	15	0,01208167	
4	133,95	154,67	130,75	134,92	108,91	132,6	16,3	12	0,01109511	
5	119,08	142,25	140,55	126,65	133,96	132,5	9,7	7	0,01084722	
6	123,48	139,37	139,60	134,97	143,47	136,2	7,7	6	0,01817553	
7	118,33	146,93	143,16	129,05	128,84	133,3	11,7	9	0,01221393	
8	123,53	145,77	131,62	138,53	137,66	135,4	8,3	6	0,01651653	
9	122,24	145,04	145,11	146,32	128,31	137,4	11,3	8	0,02103467	
10	108,70	139,16	124,00	131,02	130,11	126,6	11,4	9	0,00302317	
MOY10	117,13	121,67	126,41	122,98	122,46			122,13	0,20	B10
ET10	19,04	39,72	23,70	26,48	25,77			26,82		
ET10/MOY10								0,22		
CV10	16	33	19	22	21			22		
MOY7	121,33	144,74	136,40	134,49	130,18			133,43	0,12	B7
ET7	7,56	5,33	7,72	6,58	10,84			10,71		
ET7/MOY7								0,08		
CV7	6	4	6	5	8			8		

TABLEAU G

PROPIOMI X										
Teneur attendue = 2,65 g/kg										
n°mélangeuse										
n° échantillon	A	B	C	D	E	Moyenne	ET	CV	Biais	
1	1,86	1,23	1,26	1,48	1,17	1,4	0,3	20	0,22249911	
2	1,33	1,96	1,11	1,24	1,32	1,4	0,3	24	0,22535621	
3	2,72	0,94	1,99	2,55	3,08	2,3	0,8	37	0,02210552	
4	3,17	3,21	3,20	3,06	3,13	3,2	0,1	2	0,03617173	
5	3,09	3,32	3,39	3,31	3,11	3,2	0,1	4	0,05024365	
6	2,97	3,16	3,11	3,18	3,07	3,1	0,1	3	0,02858014	
7	3,11	3,23	3,22	3,12	3,00	3,1	0,1	3	0,03363418	
8	2,98	3,34	3,10	3,13	2,99	3,1	0,1	5	0,02987027	
9	3,10	3,19	2,65	2,48	2,97	2,9	0,3	11	0,00740249	
10	3,08	3,28	3,22	3,25	3,20	3,2	0,1	2	0,04402079	
MOY10	2,74	2,69	2,63	2,68	2,70			2,69	0,26	B10
ET10	0,63	0,94	0,86	0,75	0,77			0,79		
ET10/MOY10								0,29		
CV10	23	35	33	28	29			29,45		
MOY7	3,07	3,25	3,13	3,08	3,07			3,12	0,03	B7
ET7	0,07	0,07	0,23	0,28	0,08			0,15		
ET7/MOY7								0,05		
CV7	2	2	7	9	3			4,71		

TABLEAU H										
TRACIMIX										
Teneur attendue = 100 particules par grammes										
	n°mélangeuse									
n° échantillon	A	B	C	D	E	Moyenne	ET	CV	Biais	
1	134	27	31	48	34	54,8	45,0	82	0,204304	
2	90	67	80	61	21	63,8	26,5	41	0,131044	
3	78	106	138	77	72	94,2	27,9	30	0,003364	
4	99	107	97	132	137	114,4	18,8	16	0,020736	
5	105	110	99	134	110	111,6	13,3	12	0,013456	
6	96	96	120	131	115	111,6	15,4	14	0,013456	
7	127	104	108	124	99	112,4	12,4	11	0,015376	
8	85	119	121	140	125	118,0	20,2	17	0,0324	
9	122	108	147	172	135	136,8	24,5	18	0,135424	
10	123	124	104	175	111	127,4	27,9	22	0,075076	
MOY10	106	97	105	119	96			105	0,25	B10
ET10	19	29	33	44	41			33		
ET10/MOY10								0,32		
CV10	18	30	31	37	42			32		
MOY7	108	110	114	144	119			119	0,21	B7
ET7	16	9	17	21	14			16		
ET7/MOY7								0,13		
CV7	15	8	15	14	12			13		

mélange A	Calcium	Chlorure	Cuivre	Manganèse	Zinc	Chrome	Propiomix	Tracimix
1	47	62	45	55	66	41	68	127
2	72	114	76	77	84	82	49	85
3	113	111	126	122	125	117	99	74
4	116	107	119	115	114	129	116	93
5	117	113	108	107	102	109	113	99
6	108	94	102	105	105	113	108	91
7	110	89	105	103	101	102	113	120
8	109	118	116	108	105	93	109	80
9	107	101	107	108	104	104	113	115
10	101	92	94	101	93	110	112	116

mélange B	Calcium	Chlorure	Cuivre	Manganèse	Zinc	Chrome	Propiomix	Tracimix
1	33	52	26	47	47	30	46	28
2	55	73	25	24	38	22	73	69
3	108	113	77	85	82	74	35	110
4	119	117	131	129	127	107	120	111
5	114	101	126	119	117	130	124	114
6	112	111	115	120	115	123	118	99
7	116	109	114	120	121	126	120	107
8	112	96	116	118	120	128	124	123
9	119	121	132	122	119	136	119	112
10	110	107	136	117	114	123	122	128

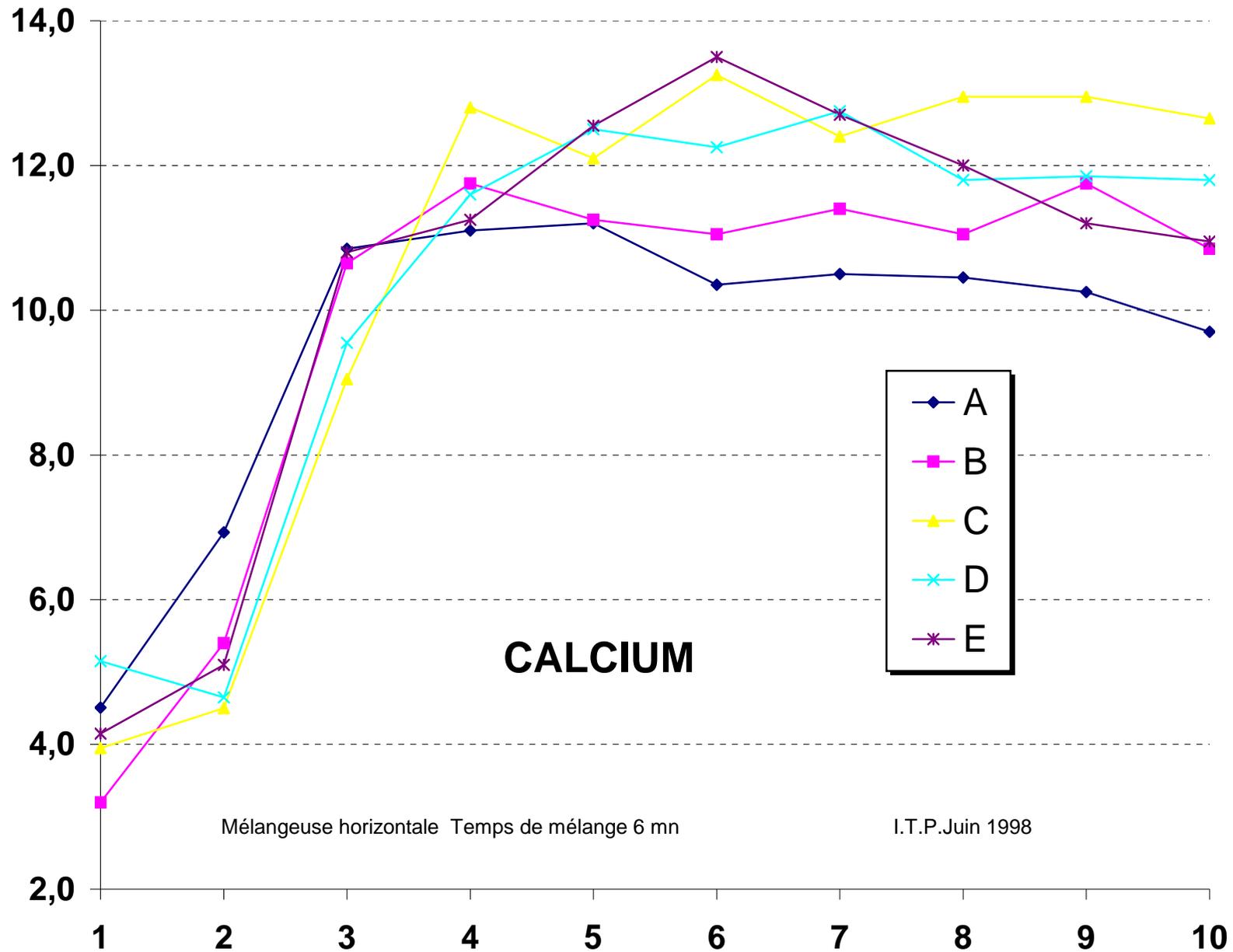
mélange C	Calcium	Chlorure	Cuivre	Manganèse	Zinc	Chrome	Propiomix	Tracimix
1	37	43	45	50	51	16	48	30
2	42	71	76	85	89	74	42	77
3	85	96	126	102	104	87	76	132
4	120	107	119	103	103	160	122	93
5	114	108	108	106	111	137	129	95
6	124	108	102	114	110	137	118	115
7	116	129	105	112	113	138	123	103
8	121	103	116	113	104	135	118	116
9	121	124	107	113	115	53	101	141
10	119	111	94	101	98	63	123	100

mélange D	Calcium	Chlorure	Cuivre	Manganèse	Zinc	Chrome	Propiomix	Tracimix
1	50	41	35	48	53	28	55	40
2	45	58	58	64	68	54	46	51
3	92	112	135	115	113	123	95	64
4	112	115	122	115	110	109	114	111
5	120	109	112	108	103	111	124	112
6	118	117	111	109	110	100	119	110
7	123	113	101	117	105	93	116	104
8	114	104	108	109	113	128	117	117
9	114	122	116	111	119	127	93	144
10	114	109	102	103	107	126	121	147

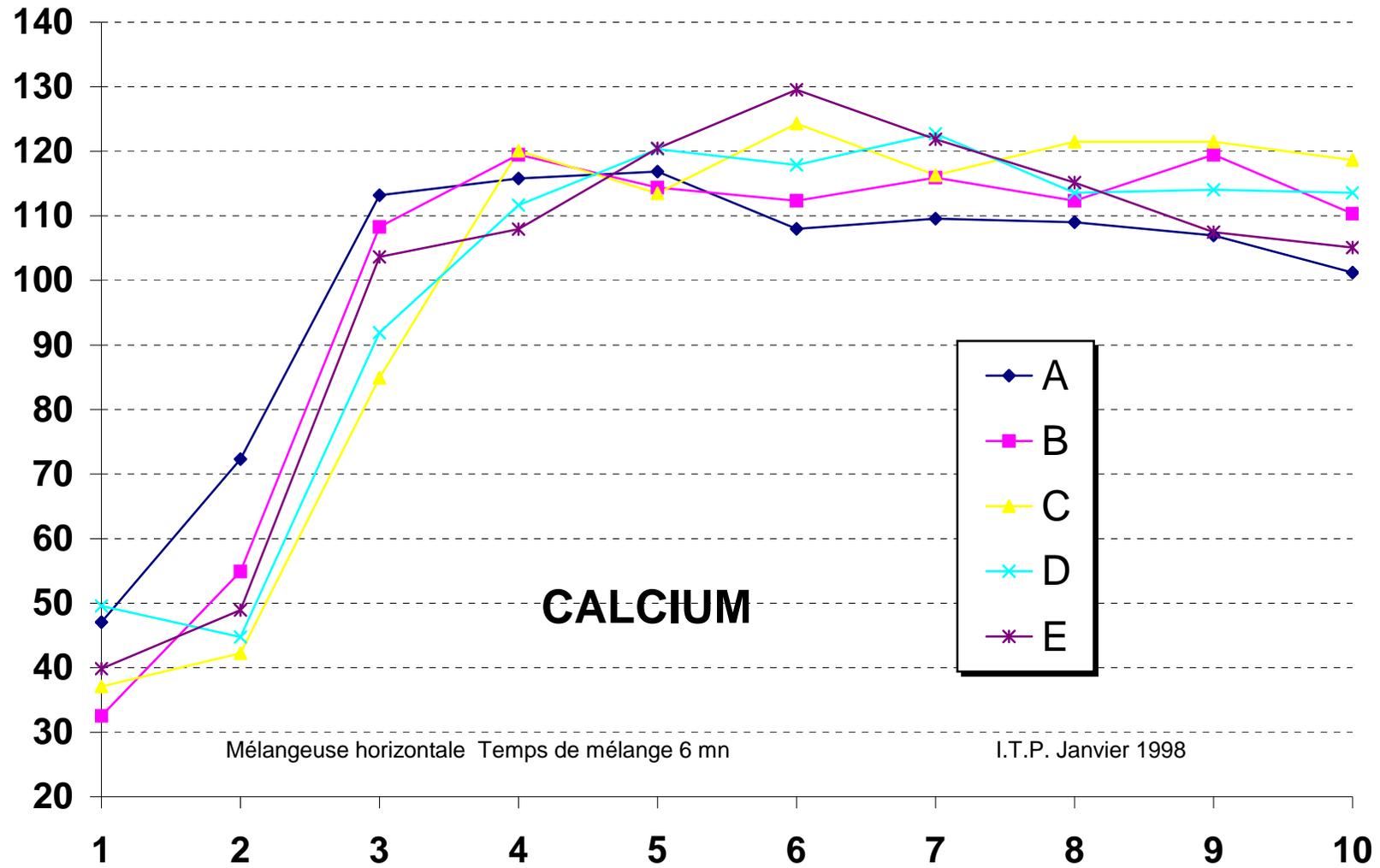
mélange E	Calcium	Chlorure	Cuivre	Manganèse	Zinc	Chrome	Propiomix	Tracimix
1	40	42	29	47	49	31	43	35
2	49	78	77	81	85	72	49	22
3	104	135	123	117	121	124	114	75
4	108	99	98	98	89	117	116	143
5	120	97	115	108	109	108	115	115
6	130	113	125	119	117	105	114	120
7	122	106	105	103	105	106	111	103
8	115	119	116	112	112	113	111	130
9	107	103	104	111	105	114	110	141
10	105	108	109	104	106	109	118	116

ANNEXE D

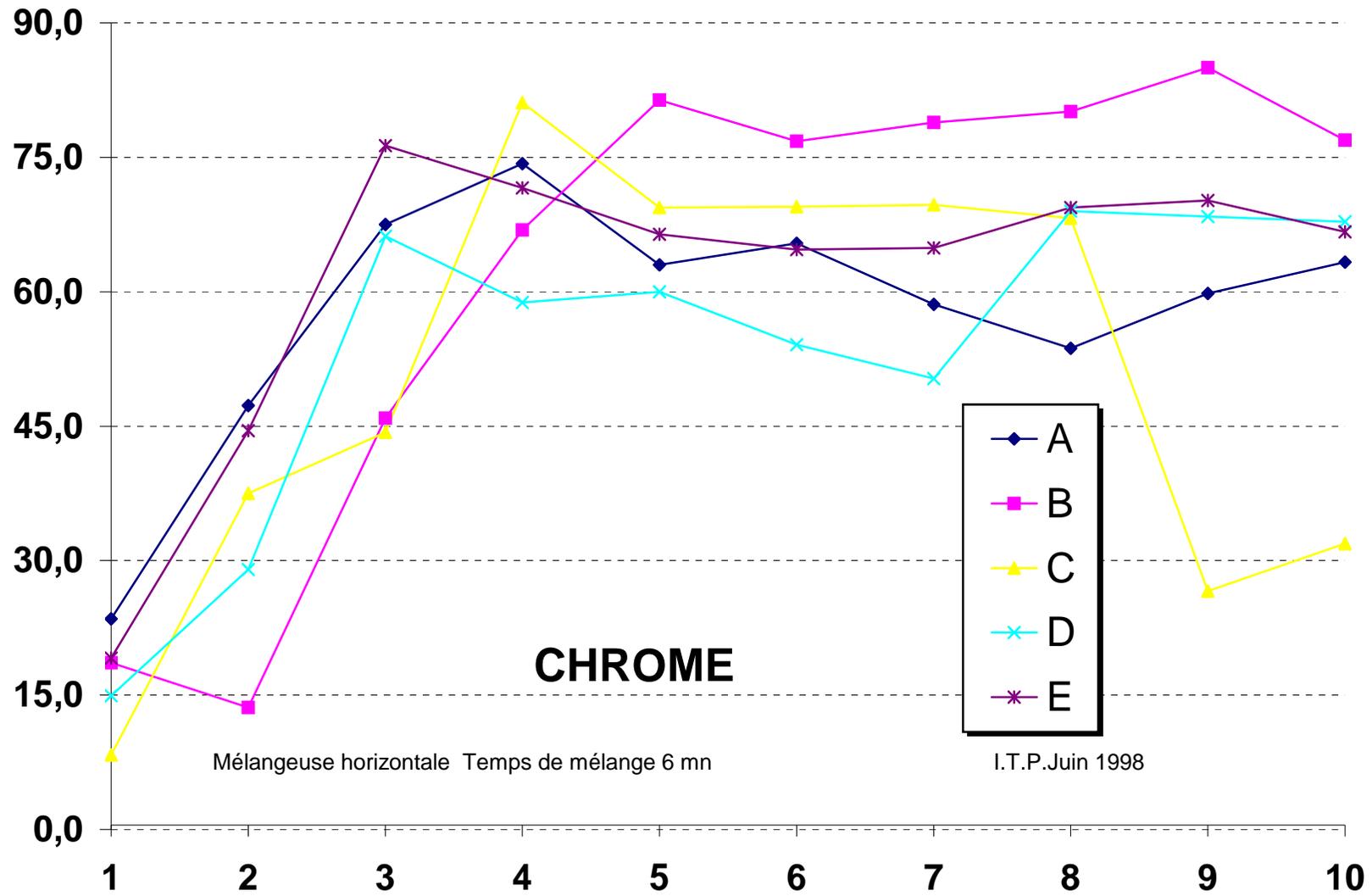
Graphique 1



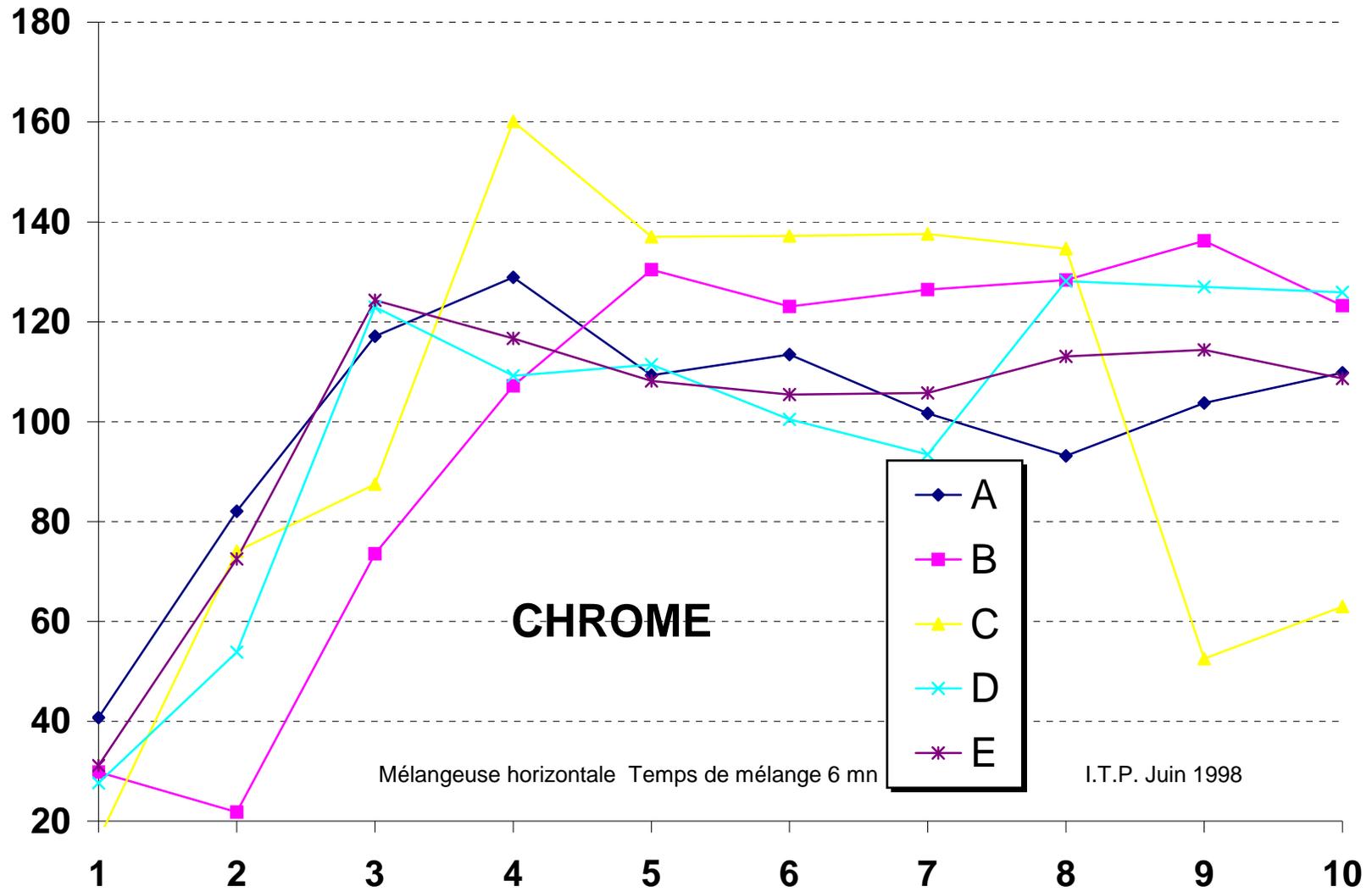
Graphique 2



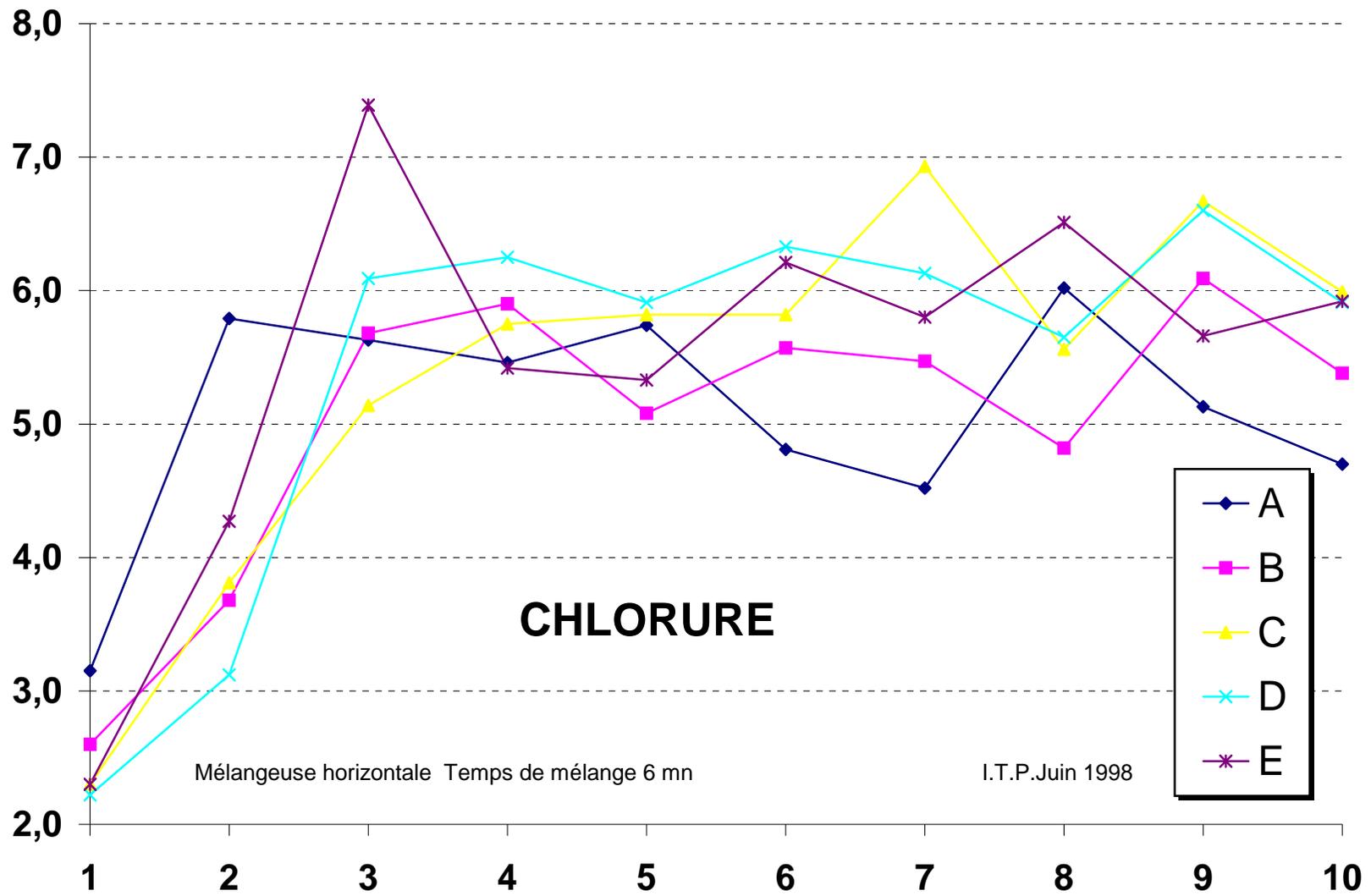
Graphique 3



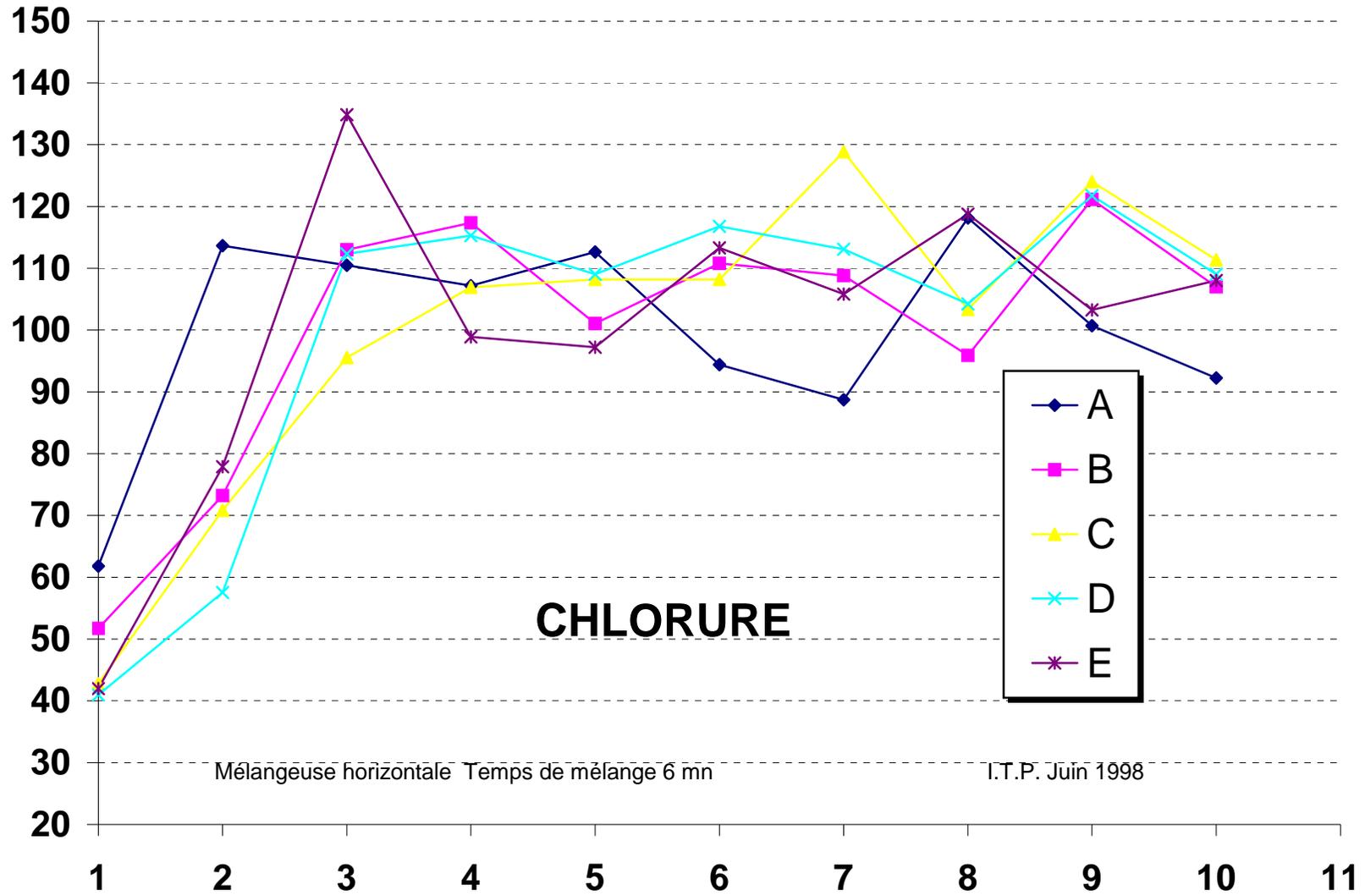
Graphique 4



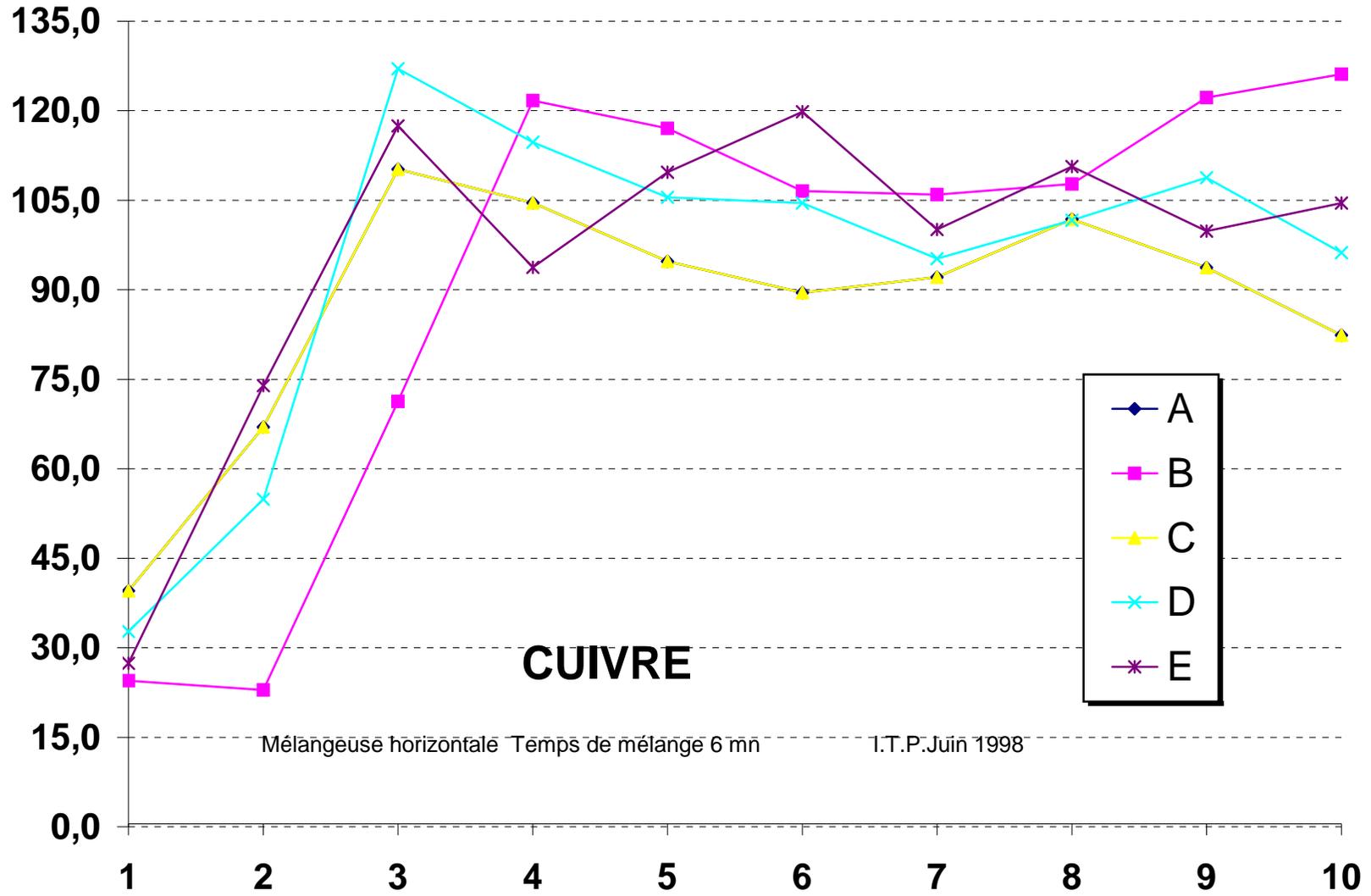
Graphique 5



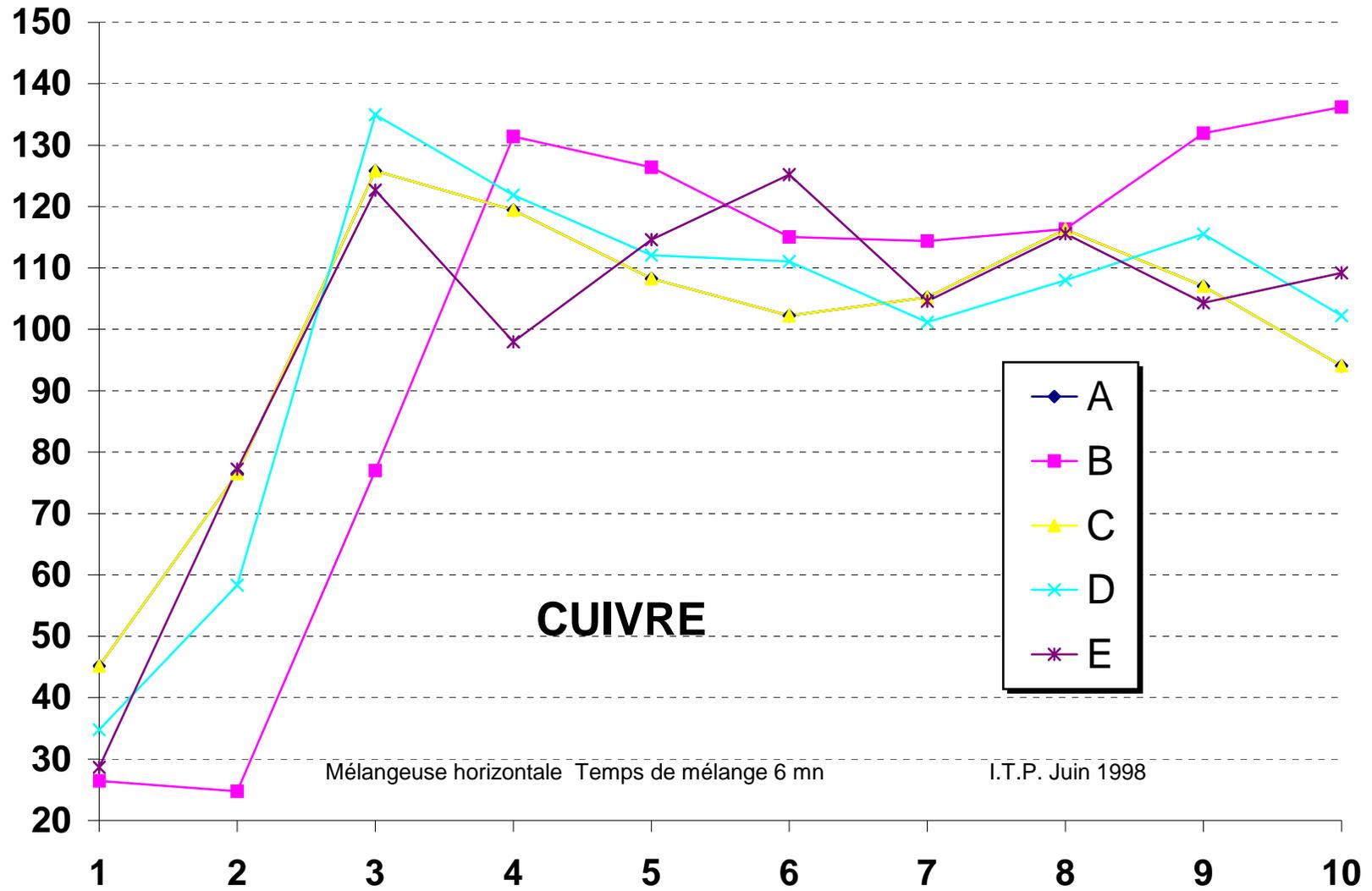
Graphique 6



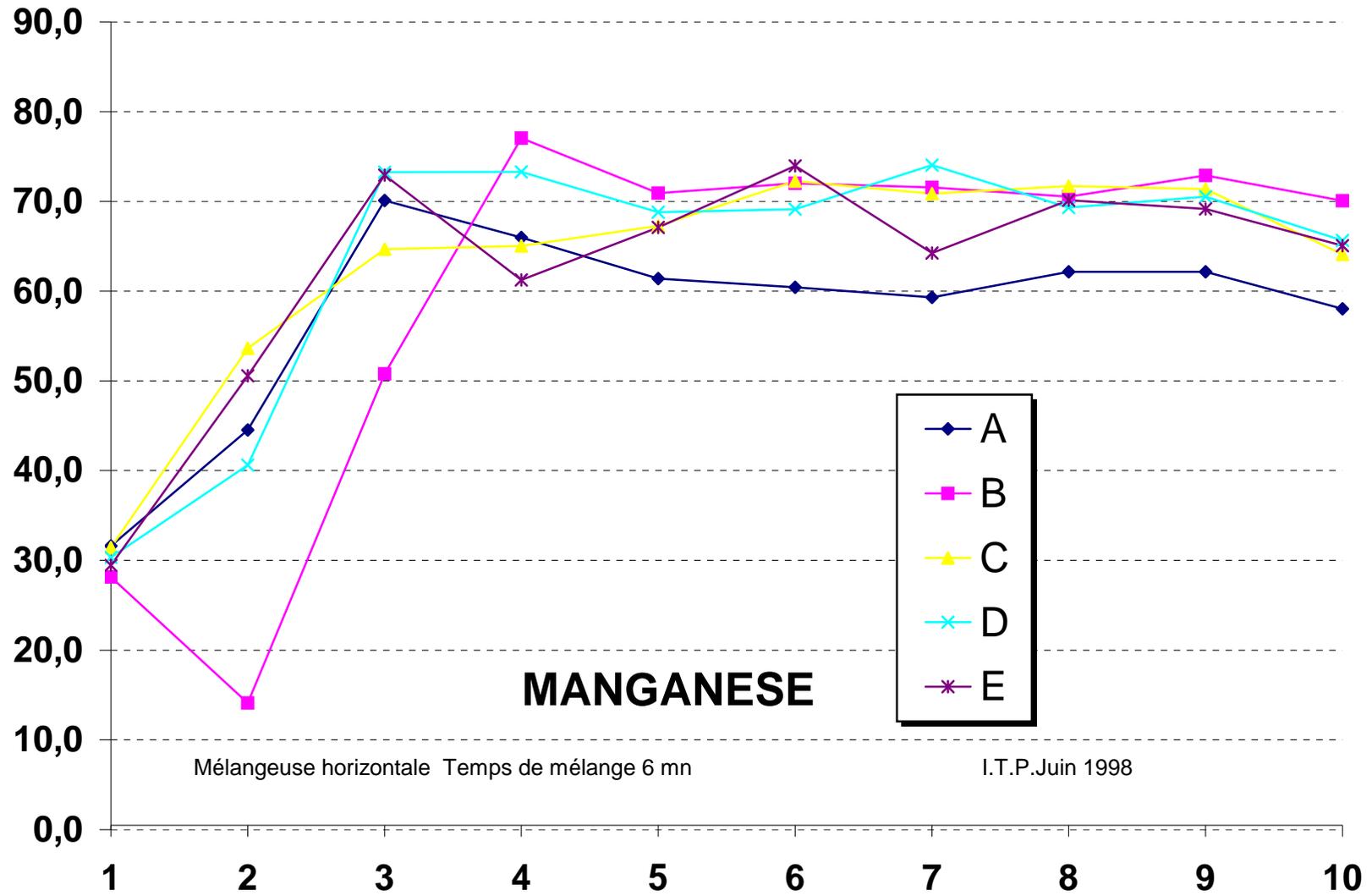
Graphique 7



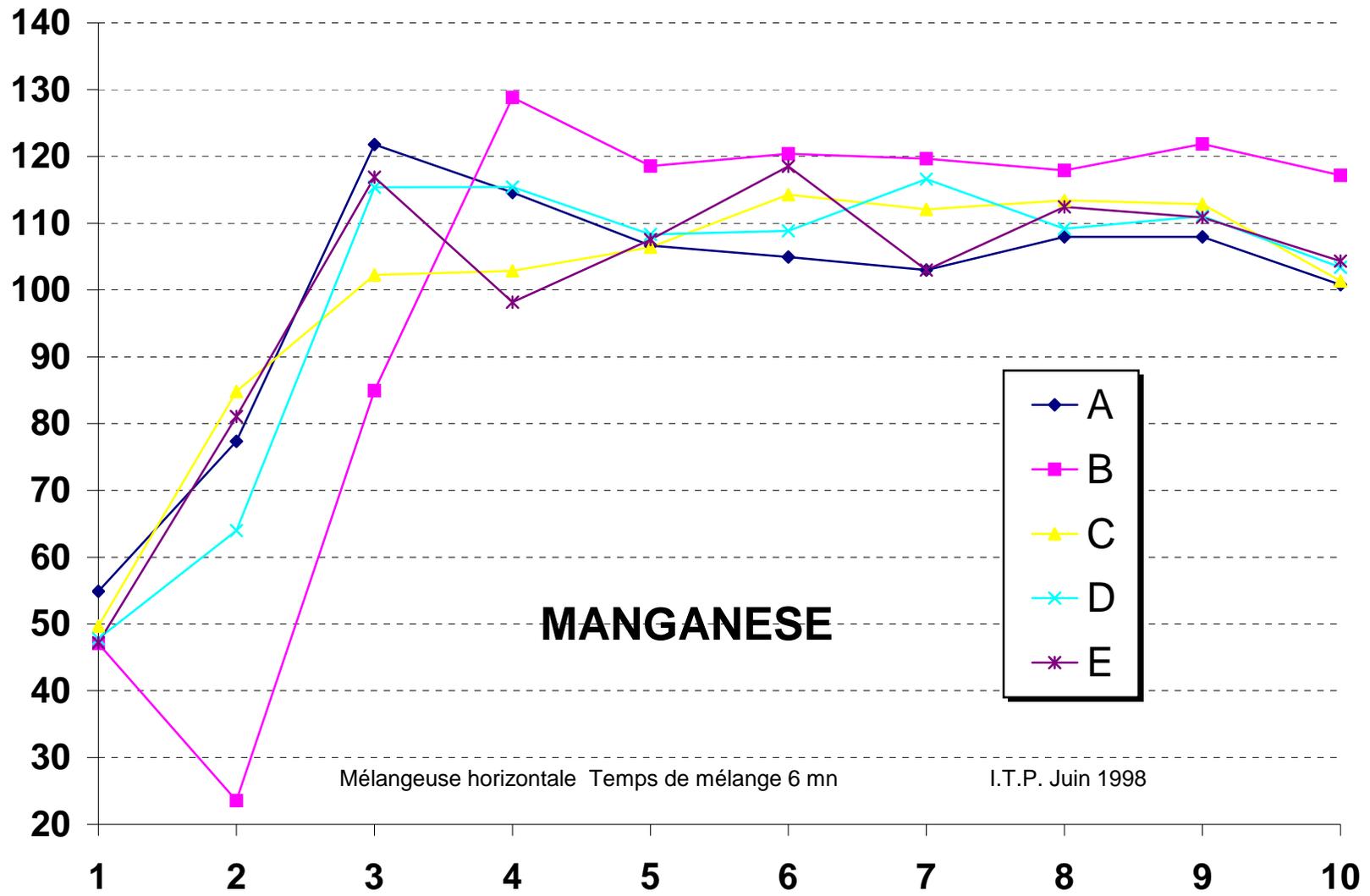
Graphique 8



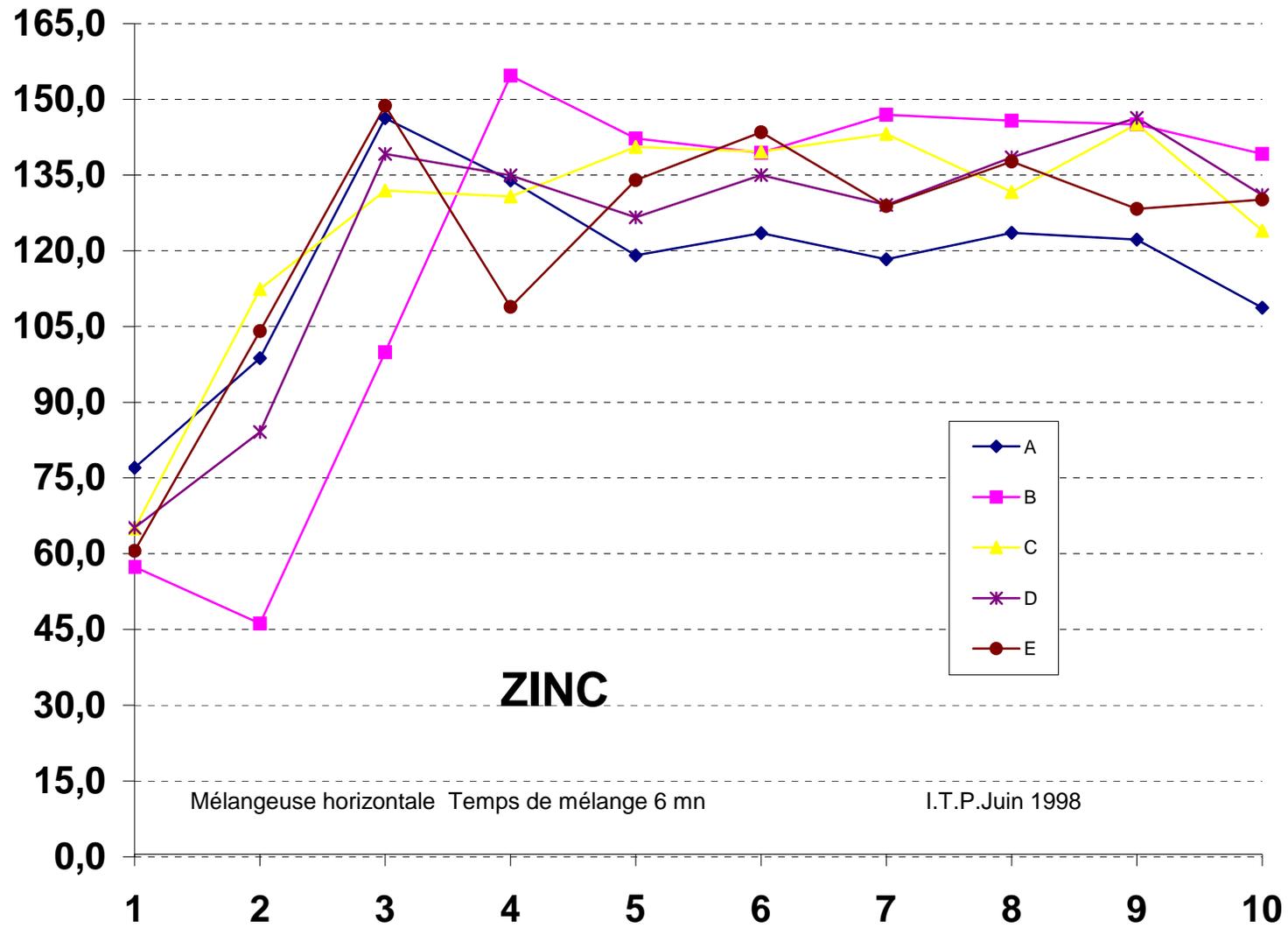
Graphique 9



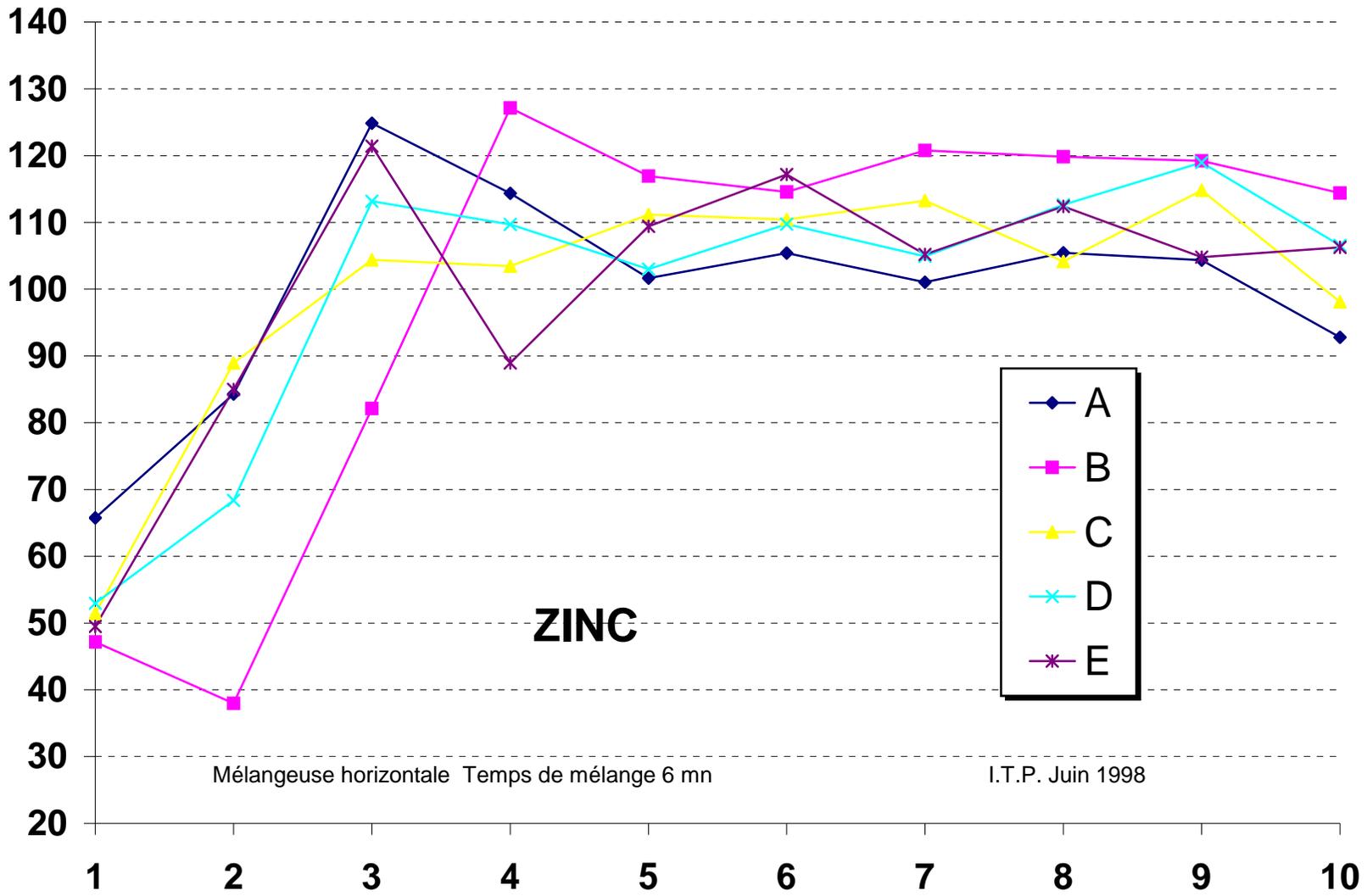
Graphique 10



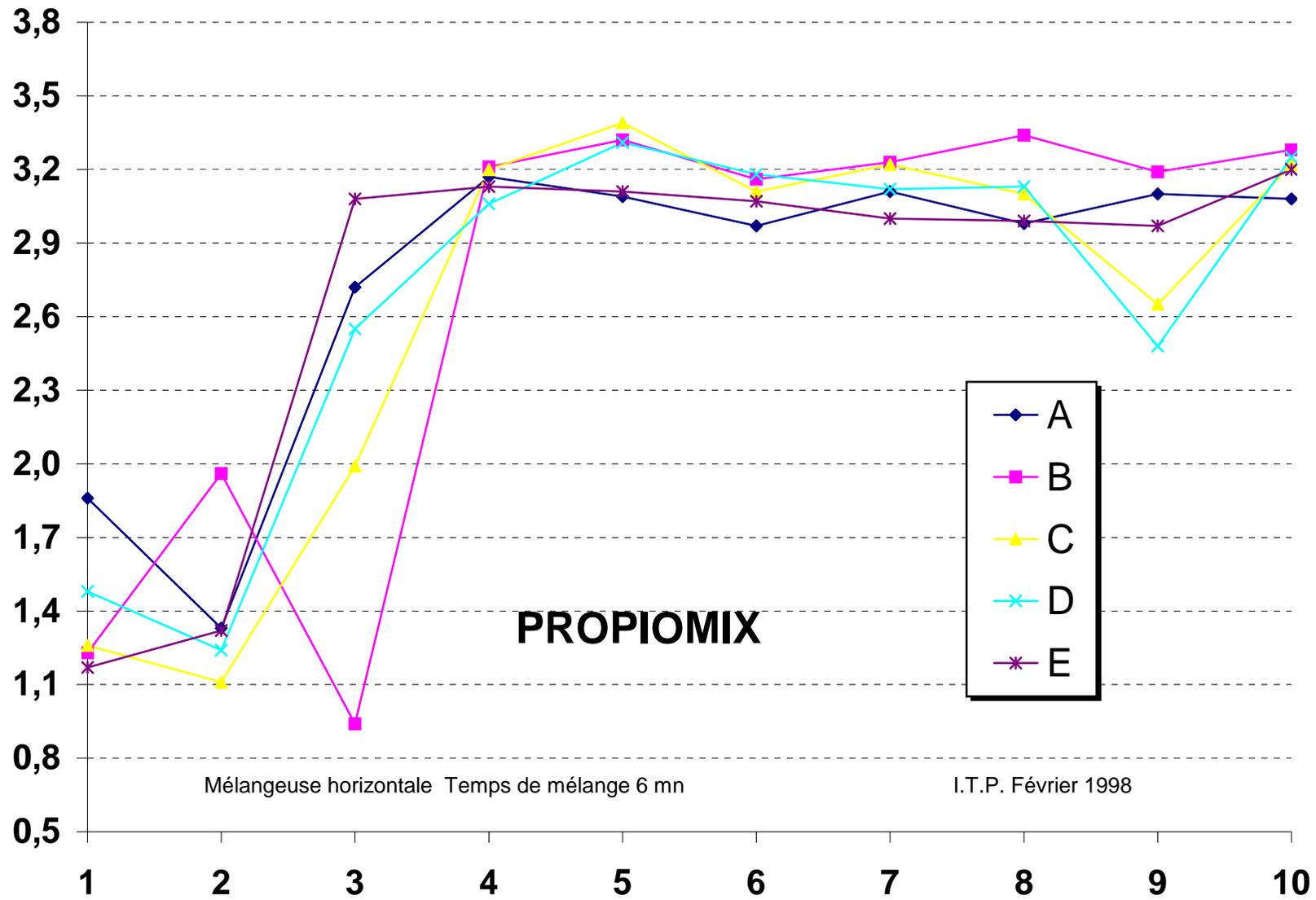
Graphique 11



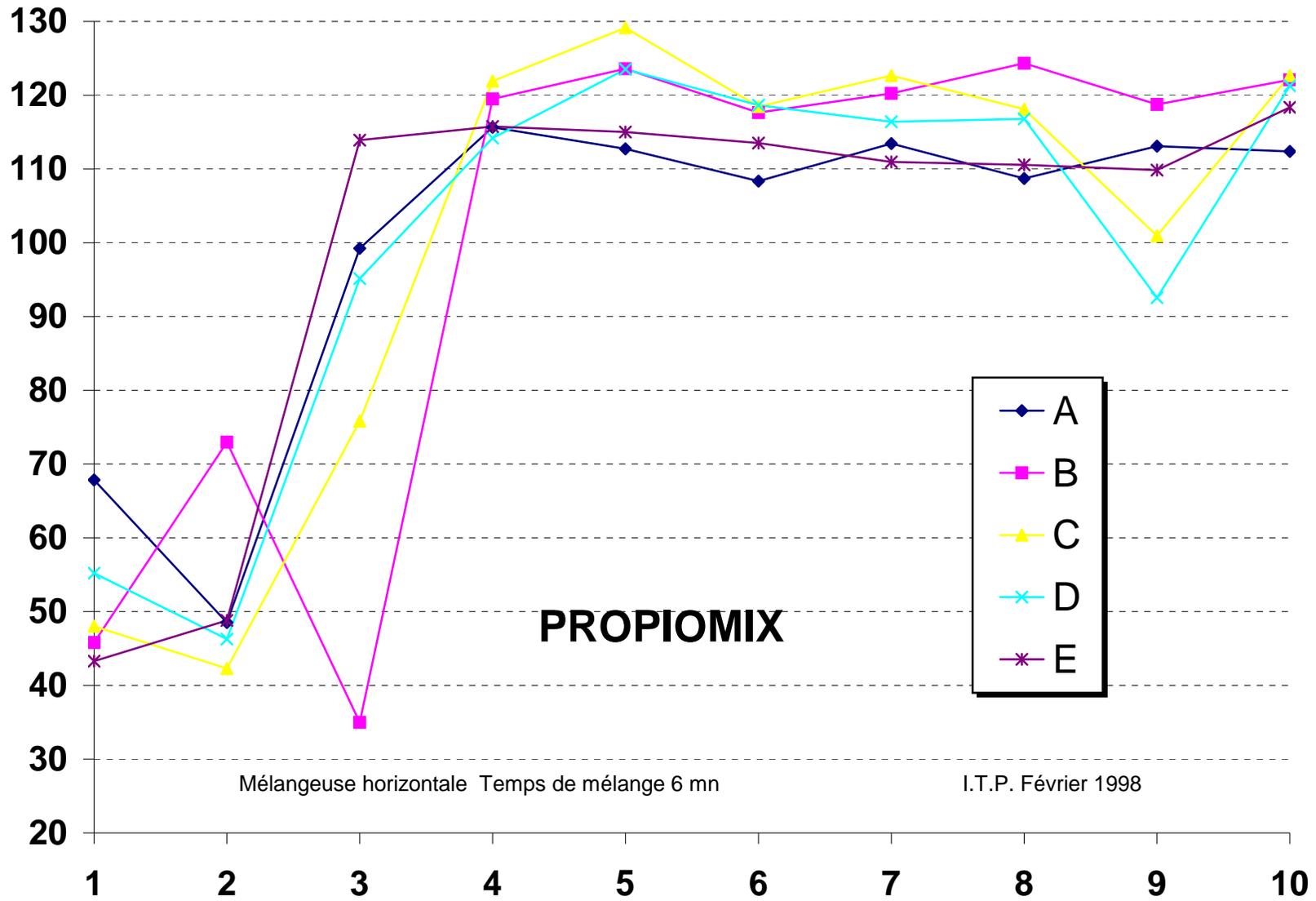
Graphique 12



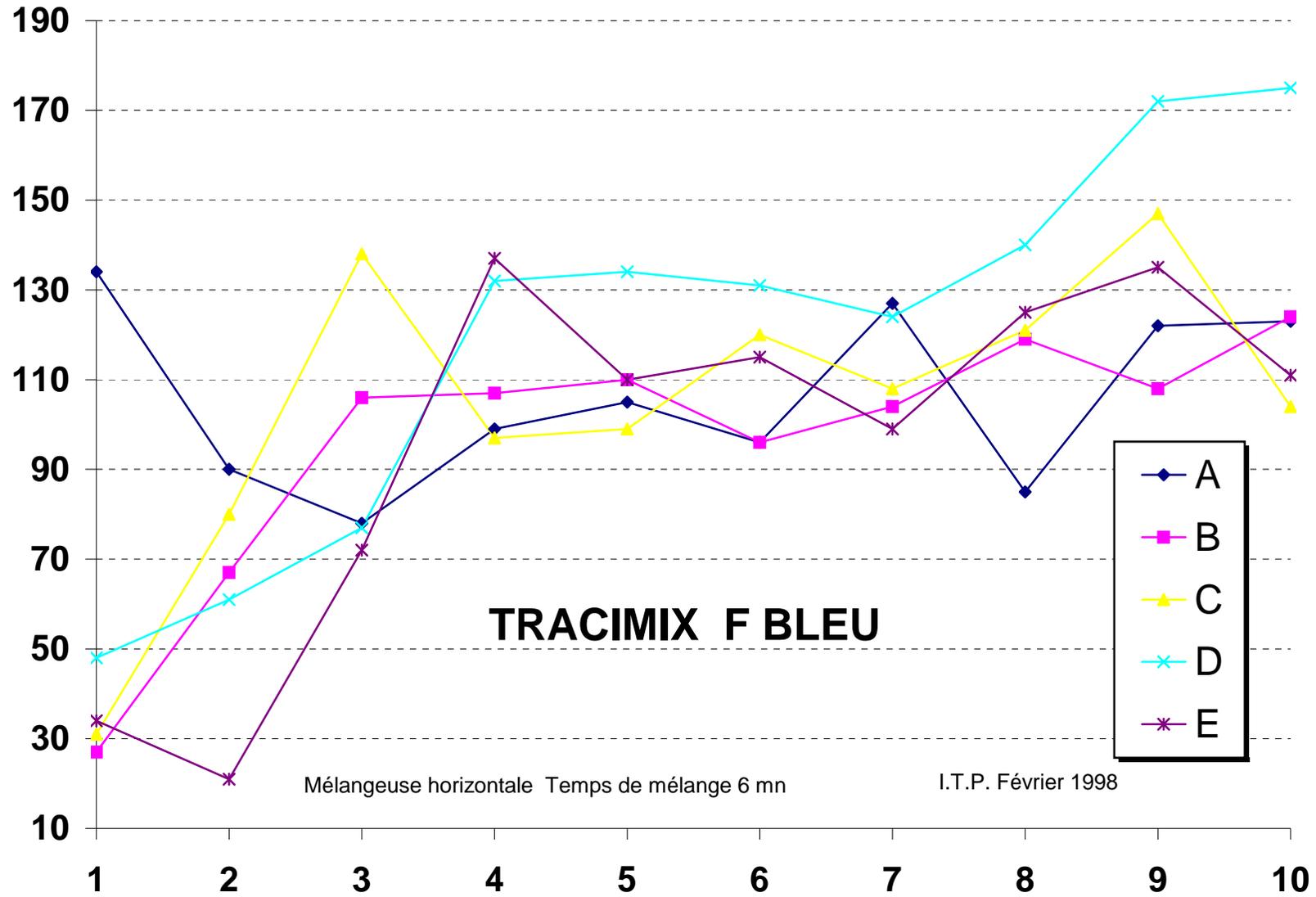
Graphique 13



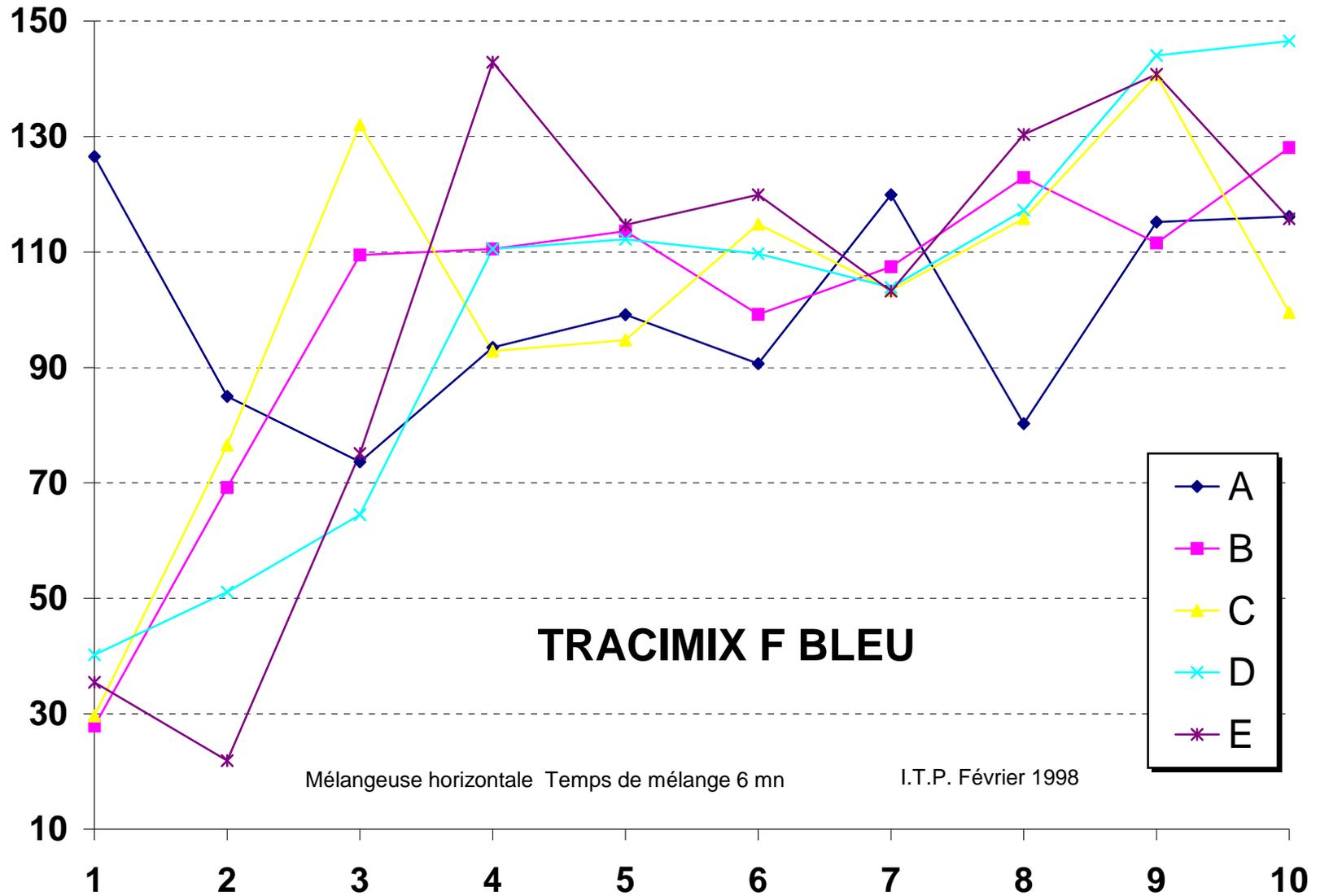
Graphique 14



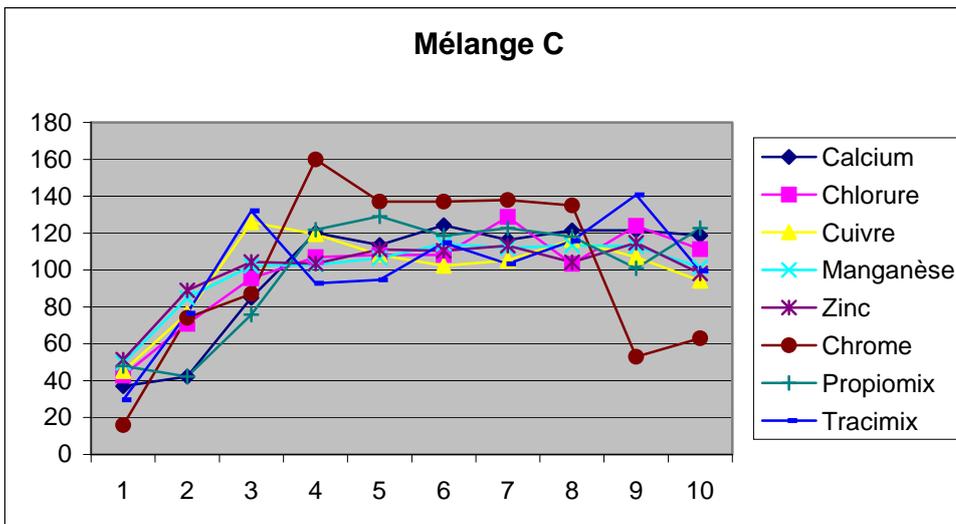
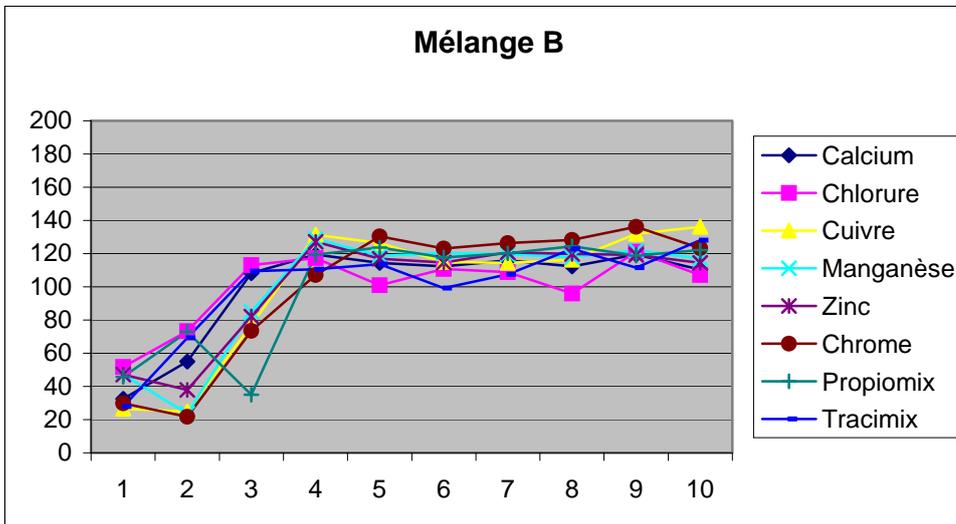
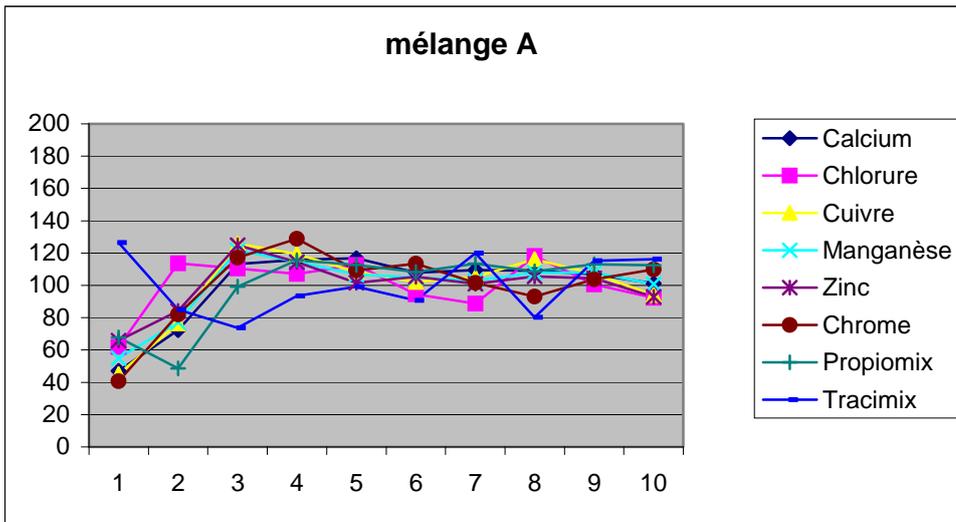
Graphique 15



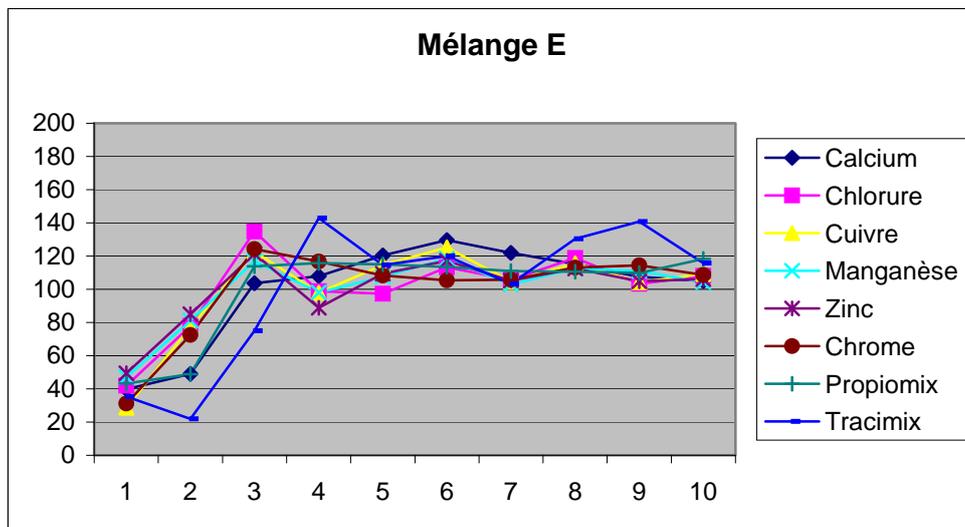
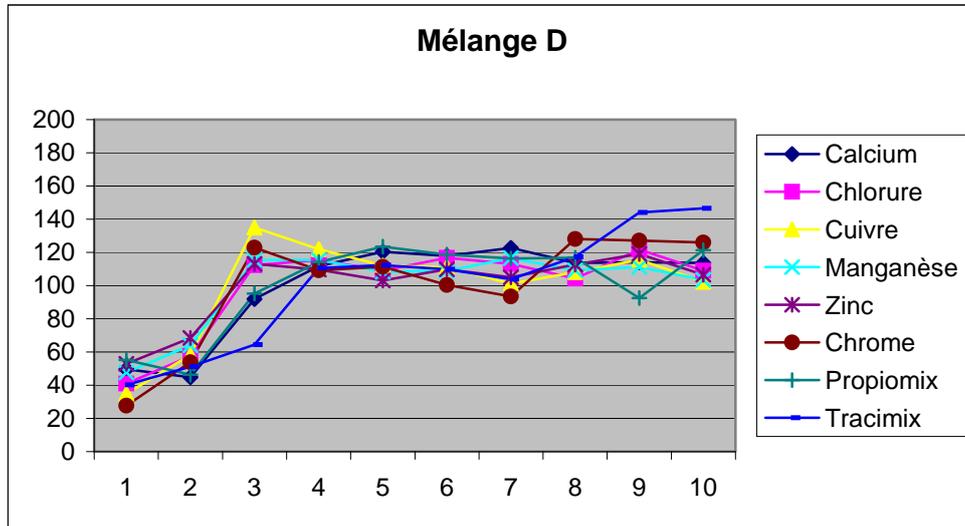
Graphique 16



Graphique 17



Graphique 18



NOM : GILLOT STEPHANE / GENDRON EMMANUEL

TITRE : FABRICATION DE L'ALIMENT A LA FERME EN ELEVAGE PORCIN : CONTRIBUTION A LA RECHERCHE DE TRACEURS DE L'HOMOGENEITE DU MELANGE.

RESUME : En cette période dominée par la traçabilité, les contrôles de qualité sanitaire des denrées alimentaires ainsi que l'uniformisation des bonnes pratiques d'élevage au sein de l'Europe, les Associations de fabricants d'aliment à la ferme en élevage porcin cherchent à se doter d'une méthode de référence visant à prouver la bonne qualité de leur travail.

Après un rappel sur la physiologie digestive du porc et une présentation de la fabrication d'aliment à la ferme (FAF) dans le contexte de l'élevage porcin français, les auteurs récapitulent les points de législation réglementant cette activité et définissent le mélange d'un point de vue physique et mathématique afin de donner les outils indispensables à la compréhension de la partie expérimentale.

Cette dernière présente les huit traceurs différents qui ont été incorporés dans un mélange. Cette expérience a été répétée cinq fois dans des conditions identiques. La concentration de chaque traceur dans chacun des échantillons prélevés à la sortie de la mélangeuse a été mesurée puis comparée aux autres. Les conclusions issues de ces analyses statistiques ne permettent pas de définir un traceur unique mais apportent des éléments d'exclusion pour deux d'entre eux et des éléments de comparaison pour les six autres.

MOTS-CLES : MELANGE – TRACEUR – HOMOGENEITE – LEGISLATION - PORC

ENGLISH TITLE : MANUFACTURING ON THE FARM OF SWINE DIETS : STUDY OF AN INVESTIGATION OF TRACERS FOR THE MIXING HOMOGENEIZATION.

ABSTRACT : In this period ruled by the tracability, the human food sanitary quality control as well as the standardization of the right method of breeding within Europe, the associations of producers manufacturing swine diets on their farm try to get a reference method tending to prove the good quality of their work.

After reminding the digestive physiology of the pig and a description of the pork industry making their swine diets on the farm, in France, the authors summarize the laws regulating this activity and give a definition of the mixing in a mathematical physics point of view in order to provide the essential tools to the good understanding of the experimental part.

This last part presents different tracers which have been incorporated in mixings made on a specific experimental site. The conclusions stemming from the statistical analysis of the results do not allow them to describe a single tracer but bring elements to exclude two of them and elements to compare the other six.

KEY WORDS : MIXING – TRACER – HOMOGENEIZATION – LAW - PIG