

Jean-Pierre Melcion • Jean-Luc Ilari
coordonnateurs



Technologie des pulvérulents dans les IAA



COLLECTION
SCIENCES & TECHNIQUES
AGROALIMENTAIRES

Editions
TEC
& **DOC**

Instantanéisation des poudres

Ernest Teunou, Denis Poncelet

Introduction

De nos jours, des millions de tonnes de poudres différentes sont produites par an dans le monde pour des raisons économiques, déjà mentionnées tout au début de cet ouvrage. Cette production est assurée par différentes techniques : broyage mécanique, séchage sur cylindre ou par dispersion de solution, cristallisation et centrifugation, etc. qui peuvent affecter plus ou moins leurs propriétés physiques et chimiques.

Ces poudres sont utilisées ou consommées à différents niveaux de la production industrielle et de la chaîne alimentaire humaine ou animale, à la suite d'une opération de mélange à l'eau, de reconstitution ou de recombinaison qui consiste en une réhydratation de la poudre séchée par une quantité d'eau généralement équivalente à celle qui se trouvait dans le produit original. Cette opération dépend d'une catégorie de propriétés fonctionnelles de la poudre, appelées propriétés de reconstitution : la mouillabilité, « l'immersibilité », la dispersibilité et la solubilité. Toutes ces propriétés sont liées. Une poudre se « reconstitue » très bien si elle se mouille, se disperse ou se solubilise très facilement. On parle alors d'une poudre instantanée et l'opération qui permet de l'obtenir est appelée instantanéisation. Il s'agit le plus souvent d'opération d'accroissement de la taille des particules tout en donnant aux agglomérats résultants une structure favorisant la pénétration de l'eau. Ainsi d'autres objectifs sont associés au procédé d'instantanéisation tels que la réduction des fines poussières (qui s'accompagne de la réduction des risques d'explosion), l'amélioration de l'écoulement, la protection par enrobage ou pelliculage des constituants sensibles, l'enrichissement de la poudre en un composant aux propriétés spécifiques ou encore la préservation de l'homogénéité de composition dans le cas des mélanges. Les exemples les plus courants sont les poudres de lait, café, cacao, levure etc., qui sont utilisées pour leur dissolution rapide.

Ce chapitre, qui vient en complément de tout ce qui a été dit sur la production des poudres, les interactions poudre/eau et la mise en forme des poudres, se limite à la

description des différents mécanismes d'instantanéisation utilisés dans l'industrie alimentaire et des procédés qui les accompagnent.

1. *Problématique de l'instantanéisation – Phénomène en cause*

Le séchage par dispersion ou atomisation demeure la méthode la plus efficace pour le séchage des liquides et la production de grandes quantités de poudres dites conventionnelles comme le lait, les dérivés laitiers, les lessives et toutes sortes d'ingrédients alimentaires. Malheureusement, cette technique donne des particules généralement inférieures à 100 μm qui présentent des propriétés de reconstitution très mauvaises, surtout lorsque le procédé a été mal conduit (température élevée de traitement et dénaturation de quelques composants). Si, dans l'industrie, de telles poudres peuvent être reconstituées moyennant une certaine énergie (agitations) ou des conditions opératoires adéquates (chauffage, additifs), elles ne conviennent pas à l'alimentation humaine directe où l'énergie disponible se résume à trois tours de cuillère dans une tasse ou un bol d'eau à une vitesse très faible pour éviter tout débordement.

Plutôt qu'une poudre conventionnelle, le consommateur appréciera donc une poudre qui conduit à la reconstitution immédiate du liquide dès qu'elle est au contact de l'eau chaude ou froide (Munns, 1989). Comme nous l'avons dit en introduction, une telle poudre est appelée poudre instantanée, et l'opération qui permet de l'obtenir est appelée instantanéisation.

1.1. Illustration

Pour mesurer l'importance de l'instantanéisation, il faut comprendre les phénomènes mis en jeu lors de la reconstitution des liquides. Voici 3 expériences simples (figures 1a, b, c) qui permettent de bien illustrer la situation.

1.1.1. *Expérience 1* (figure 1a)

Dans un becher de 500 mL, mettre environ 200 mL de poudre de lait « spray » conventionnelle. Verser doucement 300 mL d'eau au-dessus de la poudre.

L'eau pénètre rapidement par capillarité dans les particules de la couche périphérique de la poudre. Elle se charge en éléments dissous et provoque le gonflement des protéines. La pénétration de l'eau dans la poudre de lait fine ne dépasse pas 2 à 3 mm, car il se forme alors une barrière qui freine la progression de l'eau à l'intérieur de la masse de particules. L'air occlus dans les particules est piégé et renforce le blocage de l'eau et après plusieurs mois, en s'affranchissant des odeurs provoquées par la fermentation du lait, on peut constater que l'eau n'aura pas atteint le fond du becher.

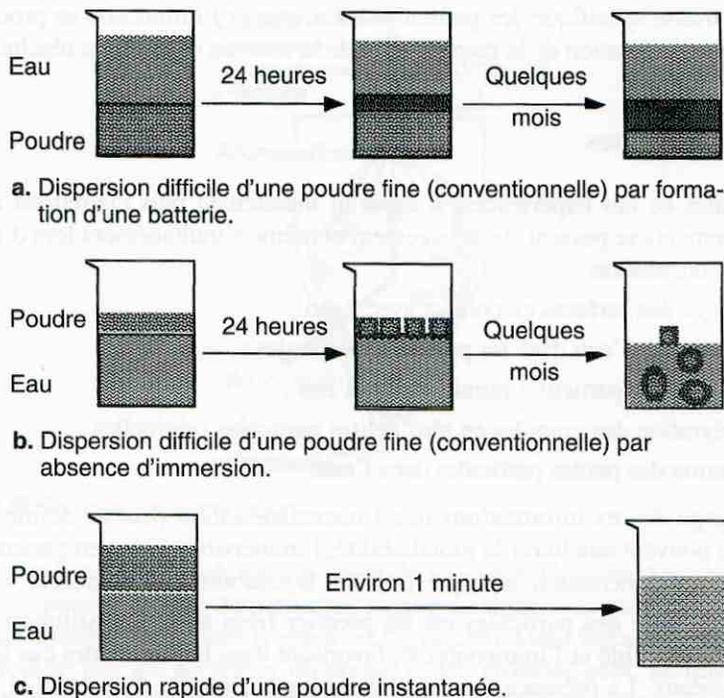


Figure 1 ■ Tests de reconstitution du lait à partir de quelques poudres.

1.1.2. Expérience 2 (figure 1b)

Dans un becher de 500 mL, mettre environ 300 mL d'eau et ajouter 50 mL de poudre de lait « spray » conventionnelle.

Les particules de poudre qui ont une masse spécifique trop faible n'arrivent pas à pénétrer rapidement dans l'eau. C'est l'air occlus dans les particules qui s'oppose à leur immersion. Il résulte de cette situation que des amas de poudre se forment et que l'eau ne peut progresser entre les particules, par capillarité que très lentement. L'eau qui est au contact des particules se charge en éléments dissous et provoque le gonflement des protéines. Il se forme alors une barrière qui freine la progression de l'eau à l'intérieur des amas de particules. En l'absence de tout mouvement ou vibration du système, les amas de poudre pourront rester au-dessus de l'eau pendant quelques mois avant de plonger (sous la forme de grumeaux) sous l'effet du poids d'eau absorbée.

1.1.3. Expérience 3 (figure 1c)

Dans un becher de 500 mL, mettre d'abord environ 300 mL d'eau et ajouter 200 mL de poudre de lait instantanée ou bien mettre d'abord environ 200 mL de poudre de lait instantanée et ajouter 300 mL d'eau.

Dans ce cas, la vitesse de pénétration de l'eau est telle que l'air occlus dans les poudres à dissolution instantanée se trouve chassé avant que la barrière n'inter-

viennne. La masse spécifique des particules est accrue et l'immersion se produit rapidement. Une accélération de la dispersion et de la mise en solution en résulte.

1.2. Phénomènes

Aux termes de ces expériences, il apparaît maintenant plus clairement que plusieurs événements se passent successivement et même simultanément lors d'une opération de reconstitution :

- mouillage des surfaces en contact avec l'eau ;
- pénétration de l'eau dans les pores des particules ;
- immersion des particules humides dans l'eau ;
- désintégration des granules en plus petites particules originelles ;
- dissolution des petites particules dans l'eau.

Il se dégage de ces informations que l'instantanéisation peut se définir comme toute action pouvant améliorer la mouillabilité, l'immersibilité tout en garantissant la résistance à la sédimentation, la dispersibilité et la solubilité d'une poudre.

Une petite taille des particules est un premier frein à la reconstitution car elle affecte la mouillabilité et l'immersibilité, favorisant dans la plupart des cas la formation de grumeaux. La présence des matières grasses affecte la dispersibilité, la solubilité et l'homogénéité de la solution résultante.

2. Techniques d'instantanéisation

Il apparaît à travers cette définition et les étapes de dispersion qu'il peut exister plusieurs techniques qui permettent de faire de l'instantanéisation des poudres, mettant en œuvre un ou plusieurs types de mécanismes et d'appareillages. Il s'agit d'une manière globale de l'atomisation qui est une méthode directe (les particules instantanées sont produites en une phase), l'agglomération, l'enrobage ou la granulation qui sont des méthodes indirectes (production en plusieurs phases). Toutes ces techniques peuvent s'accompagner de l'addition de toute substance (liant, plastifiant, surfactant, substances très solubles, etc.) pouvant favoriser l'hydratation de la poudre finale.

2.1. Par atomisation (méthode directe)

Une opération de séchage par atomisation (figure 2) avec utilisation de solution concentrée (30 à 40 % de matière sèche) permet d'avoir directement des particules plus lourdes (Bayvel et Orzechowski, 1993 ; Masters, 1988) et de tailles plus importantes (figure 3a) qui développent une meilleure capacité de réhydratation par rapport à une poudre conventionnelle, quoique la vitesse de réhydratation reste encore faible.

L'atomisation des mousses (« *foam-spray drying process* ») est une autre méthode qui présente de grands avantages. Elle consiste essentiellement à injecter un gaz fine-

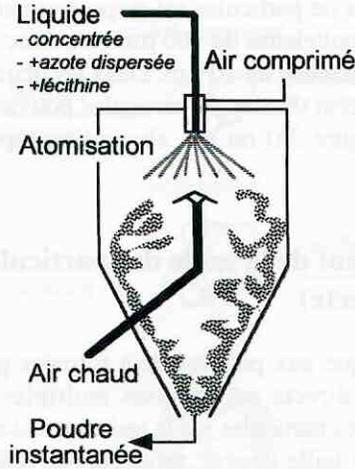
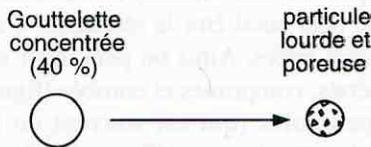


Figure 2 ■ Séchage par atomisation.

ment dispersé (azote) dans le liquide avant de le sécher. Cette méthode donne directement une poudre formée de particules soufflées, légères, se dispersant rapidement dans l'eau comme une poudre lyophilisée (figure 3b). Dans le cas du lait, cette technique modifie peu les protéines du sérum et les globules gras, ce qui donne des caractères organoleptiques très proches du lait original. Il faut noter au passage que la lyophilisation est un procédé de séchage très coûteux qui n'est pas considéré comme une technique d'instantanéisation. Mais si elle est bien menée, elle conduit à des poudres instantanées (c'est le cas du café lyophilisé).

a : mécanisme d'instantanéisation par séchage de solution concentrée



b : mécanisme d'instantanéisation par séchage des mousses



Figures 3a et b ■ Mécanismes d'instantanéisation par atomisation.

La première méthode requiert une installation plus importante que la pulvérisation conventionnelle pour un résultat insuffisant alors que la seconde exige une installation beaucoup plus complexe. Par exemple, si on pulvérise un litre de lait en gouttelettes de 10 μm et un autre litre de lait en gouttelettes de 100 μm , la surface dévelop-

pée par ces deux catégories de particules est respectivement de 600 m² et de 60 m². Le temps de séchage des gouttelettes de 100 µm sera donc 100 fois plus grand que le temps de séchage des gouttelettes de 10 µm. Dans les deux cas, le mécanisme d'instantanéisation est la formation directe de particules pouvant se disperser rapidement par immersion rapide (figure 3a) ou par absorption rapide de l'eau comme une éponge (figure 3b).

2.2. Par accroissement de la taille des particules (méthode indirecte)

Cette technique s'applique aux poudres déjà formées par atomisation, d'où leur qualification de méthode directe ou à phases multiples. L'instantanéisation par accroissement de la taille des particules est la technique la plus utilisée et cela se justifie par l'importance de la taille dans le processus de dispersion des poudres dans l'eau. Il existe beaucoup de techniques d'accroissement de la taille des particules, suivant des mécanismes variés, qui sont regroupées d'une manière générale sous l'appellation de granulation. C'est un terme qui recouvre des techniques très différentes, comme la cristallisation, l'enrobage, la compaction par compression ou extrusion (pastilleuse et presse à rouleaux), l'agitation par agglomération (tambour, assiette rotative, lit fluidisé), la formation de gouttes ou globulation (« *prilling* »), la formation des liens thermiques par nodulation ou frittage, etc.

Ce qu'il faudra retenir, c'est que les terminologies employées dans ce domaine de la technologie des poudres ne sont pas toujours spécifiques et que l'ingénieur ou le scientifique qui aborde ces différents sujets se doit de définir quelques termes utilisés pour éviter les confusions.

Une particule de base est définie par sa structure ou l'arrangement régulier (cristallin) ou irrégulier (amorphe ou état vitreux) des constituants qui la composent (Perry, 1973). Une particule peut aussi être la résultante d'une combinaison de plusieurs des opérations ci-dessus citées. Ainsi on peut avoir une particule qui est formée de granules, d'agglomérats, comprimés et enrobés (figure 4). Le système granulaire ou l'ensemble des particules (qui est souvent un mélange de particules, d'agrégats, d'agglomérats, de granules) se définit selon la taille de celles-ci (poussières, aérosols, poudres, grains, pellets, comprimés).

Ces techniques d'accroissement de la taille, pour la plupart, donnent des grosses particules qui ne se dissolvent pas toujours rapidement (Ennis, 1996). C'est pourquoi elles ne s'appliquent qu'aux poudres très solubles lorsqu'elles sont utilisées comme techniques d'instantanéisation. Seule la granulation ou l'agglomération par voie humide (ou par pont liquide) peut permettre une instantanéisation dans l'industrie alimentaire. En effet, l'agglomération pour l'instantanéisation est une opération consistant à mettre en contact deux ou plusieurs particules (généralement fines) par des liaisons de types variables (généralement après réhumidification ou addition de liants). Ces liaisons donnent aux granules (figure 5) résultants une taille et une structure favorisant leur hydratation rapide (Schubert, 1981).

D'une façon générale, les gouttelettes d'eau ou de liant relient plusieurs particules de poudre et forment une solution avec les constituants solubles de la surface (ponts

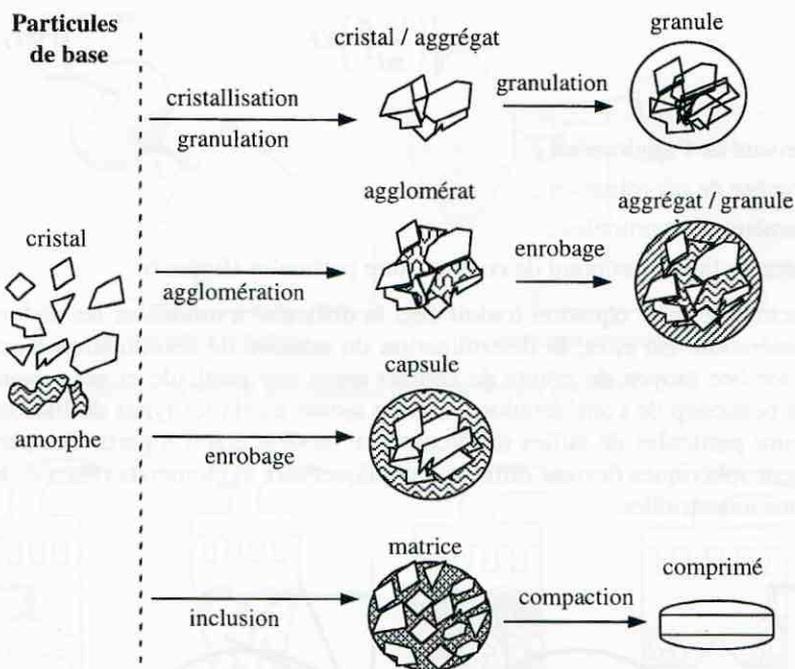


Figure 4 ■ Schéma d'une particule de base, d'un agrégat, d'un agglomérat ou un granule.

liquides de l'agglomérat humide, figure 5). Cette solution sèche rapidement car l'eau diffuse rapidement dans les particules (Becher et Schlünder, 1997). Le chauffage des particules entraîne une fusion thermoplastique à l'interface des particules et une solidification par fusion des liaisons entre particules (ponts solides de l'agglomérat sec, figure 5).

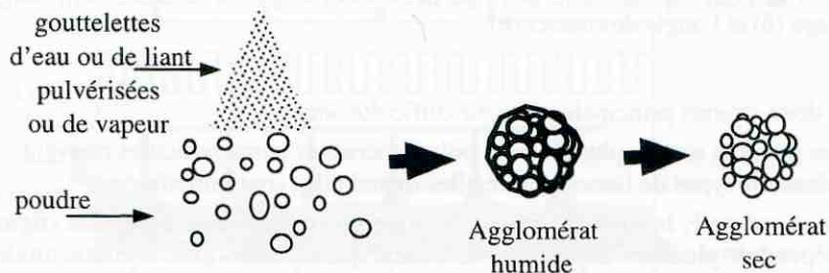


Figure 5 ■ Mécanisme de formation des granules lors de l'agglomération.

Les forces d'adhésion entre les particules responsables de l'agglomération sont essentiellement dues aux forces de contacts (ponts solides obtenus par coalescence, par réarrangements structuraux, ponts liquides et ponts capillaires). Des travaux tels que ceux de Schubert (1981) ont permis de quantifier en partie les forces d'adhésion et leur importance dans l'agglomération des particules. Ainsi la tension (σ) d'un agglomérat (comme celui de la figure 5) constitué de particules monodisperses peut être calculée selon la formule suivante :

$$\sigma = \frac{9}{8} \left(\frac{1-\varepsilon}{\pi d^2} \right) KF \quad (\text{Perry, 1973})$$

avec :

- ε , porosité de l'agglomérat ;
- K , nombre de coordination ;
- d , diamètre des particules ;
- F , force de liaison au point de contact entre particules (figure 6).

La lecture de cette équation traduit déjà la difficulté à modéliser les phénomènes d'agglomération. En effet, la détermination du nombre de coordination K , c'est-à-dire le nombre moyen de points de contact entre une particule et ses voisines, est sujette à beaucoup de considérations. Si l'on ajoute à cela les types de liaisons multiples entre particules de tailles différentes, ce modèle établi à partir des particules idéalement sphériques devient difficile à appliquer aux agglomérats obtenus dans les conditions industrielles.

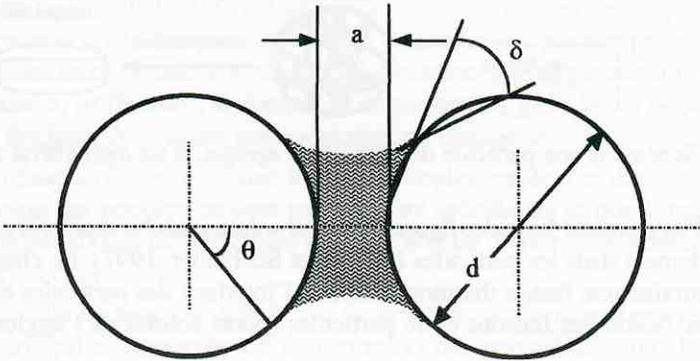
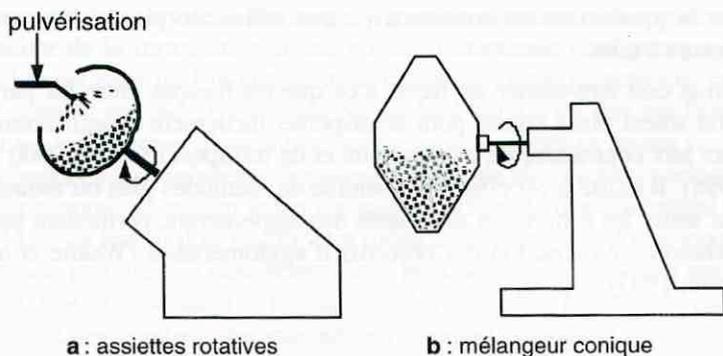


Figure 6 ■ Pont liquide entre deux particules défini par la distance (a), l'angle de mouillage (δ) et l'angle de contact (θ).

Les deux raisons principales de cette difficulté sont :

- les poudres sont le plus souvent polydisperses et leurs particules peuvent établir plusieurs types de liaisons entre elles quand elles sont humidifiées ;
- le calcul de F , la force de liaison au point de contact entre particules (figure 6), dépend de plusieurs facteurs difficilement quantifiables avec une exactitude suffisante. On peut citer le type de liaison entre les particules, le diamètre des particules, la distance entre les particules (a), l'angle de mouillage (δ) des particules par le liant et la tension de surface de celui-ci, l'angle de contact (θ), la porosité et le taux de saturation en eau de l'agglomérat.

L'opération se fait dans les granulés qui diffèrent par la façon dont sont agitées ou transportées les particules lors de l'opération (Ormos, 1994) : la fluidisation (figures 8a, b, c et d) ; la vibration ; la rotation (figures 7a, 7b et 8d) ; le transport pneumatique (figures 8b et c). Les appareils de granulation, qui fonctionnent très bien en discontinu, nécessitent quelques accessoires pour fonctionner en continu



a : assiettes rotatives

b : mélangeur conique

Figure 7 ■ Différents types de granulateurs ou enrobeurs rotatifs.

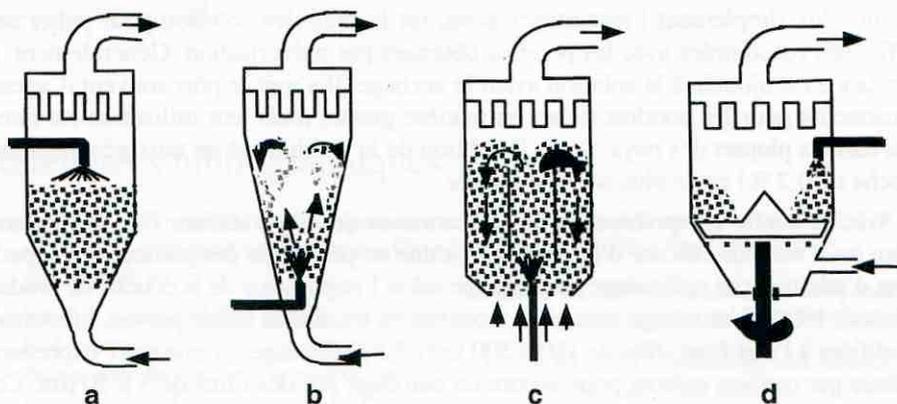


Figure 8 ■ Différents types de granulateurs/enrobeurs en lit fluidisé.

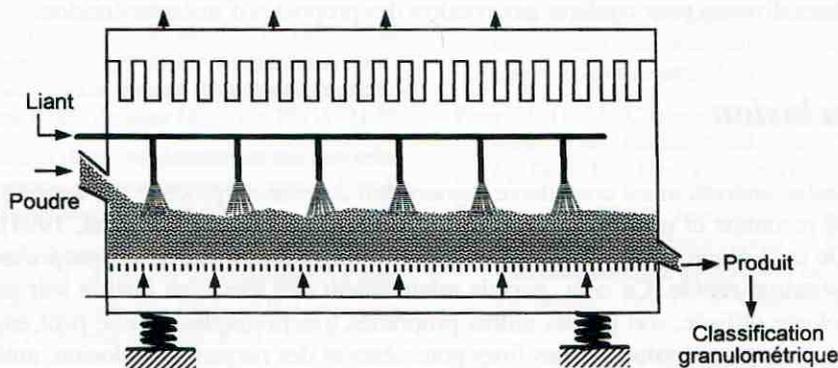


Figure 9 ■ Granulateur continu en lit fluidisé vibrant.

(classificateur, recyclage des fines). Les plus efficaces résultent d'une combinaison des différents principes d'agitation ou de transport (figure 9). Il faut noter qu'il existe quelques systèmes, basés sur le même principe, qui peuvent se substituer à ce granu-

lateur pour la production en continu avec une efficacité plus réduite comme les agglomérateurs à tube.

L'opération doit être menée de façon à ce que les liaisons entre les particules de l'agglomérat soient assez faibles pour se disperser facilement et suffisamment fortes pour résister aux contraintes de manutention et de transport (Seville, 2000 ; Juslin et Ylirusi, 1996). Il existe à cet effet un ensemble de méthodes plus ou moins sophistiquées, pour tester les différentes propriétés des agglomérats, permettant ainsi d'évaluer les techniques en fonction des objectifs d'agglomération (Waldie *et al.*, 1987 ; Davenel *et al.*, 1997).

2.3. Par enrobage (méthode indirecte)

L'addition de différentes substances, pouvant améliorer la dispersibilité, la solubilité ou plus simplement l'instantanéisation, fut la première solution pour palier aux difficultés rencontrées avec les poudres obtenues par pulvérisation. Généralement, la substance est ajoutée à la solution avant le séchage. Il s'agit le plus souvent d'agents tensioactifs pour les poudres riches en matière grasse, mais leur utilisation est interdite dans la plupart des pays. Seule l'addition de la lécithine (à un taux généralement proche de 0,2 %) est le plus souvent tolérée.

Avec la bonne compréhension des mécanismes de réhydratation, l'on sait aujourd'hui qu'il est plus efficace d'ajouter la lécithine en périphérie des particules. On parle alors d'addition par pelliculage ou enrobage selon l'importance de la couche de produit (Chessé, 1999). L'enrobage consiste à recouvrir en totalité un solide par des substances solidifiées à l'état final (film de 100 à 500 μm). Le pelliculage est une autre expression utilisée par certains auteurs pour décrire un enrobage par des films de 3 à 50 μm . Ces opérations se réalisent efficacement dans les granulateurs rotatifs (figure 7a) ou en lit fluidisé (figures 8b et c) (Liu et Lister, 1993). Plusieurs substances très solubles, comme le lactose, les sels de sodium ou de potassium, sont ainsi utilisées dans les industries diverses pour conférer aux poudres des propriétés d'instantanéisation.

Conclusion

L'instantanéisation est considérée aujourd'hui comme un procédé qui apporte une qualité reconnue et une valeur ajoutée considérable à la poudre (Maurel, 1994). En effet, le coût d'une poudre finie ou semi-finie dépend fortement de ses propriétés de reconstitution rapide. Ce coût, parfois relativement très élevé, se justifie soit par la technologie utilisée, soit par les autres propriétés fonctionnelles qu'elle peut engendrer ou incorporer (réduction des fines poussières et des risques d'explosion, amélioration de l'écoulement, protection et enrichissement de la poudre et homogénéité de composition).

L'agglomération dans un lit fluidisé vibrant, placé juste après l'atomiseur, est probablement la plus répandue et la moins coûteuse de toutes les techniques d'instantanéisation. Plusieurs techniques et formulations d'instantanéisation en lit fluidisé (en lot ou en continu) sont disponibles et exploitées actuellement (brevets et licences).

Dans le passé, le choix de la technique d'instantanéisation, des appareillages utilisés, ou encore de la formulation d'une poudre instantanée était presque totalement guidé par l'expérience de l'industriel avec toutes les conséquences que ce genre de démarche pouvait engendrer. La situation aujourd'hui est un peu meilleure car non seulement les mécanismes d'instantanéisation sont de mieux en mieux compris, mais les scientifiques ou les ingénieurs disposent d'outils de plus en plus performants pour étudier les phénomènes mis en jeu et comparer l'efficacité des différentes techniques utilisées. Mais ce travail doit encore être méthodiquement coordonné pour donner à cette opération unitaire une base scientifique plus large qui se traduira par un dimensionnement, une extrapolation et un contrôle des procédés. En effet, la complexité et l'hétérogénéité des poudres, des interactions interparticulaires et des phénomènes de réhydratation font que malgré les travaux approfondis, mais encore fragmentaires des scientifiques et les inventions performantes des industries laitières en particulier, l'instantanéisation, de quelque façon que ce soit, reste encore considérée à tort ou à raison comme un art.

Références bibliographiques

- Bayvel L, Orzechowski Z (1993). Liquid Atomization. Taylor and Francis, Norinan Chigier, Bristol, 462 p.
- Becher RD, Schlünder EU (1997). Fluidised bed granulation – the importance of a drying zone for the particle growth mechanism. *Chemical Engineering and Processing*, **37** : 1-6.
- Chessé C (1999). In : Les poudres s'activent. *Process*, **1155** : 72-74.
- Davenel A, Schuck P, Marchal P (1997). Cinétique de réhydratation et capacités de rétention d'eau de poudres mesurées par relaxométrie RMN. *Analisis Magazine*, **25** (1) : 21-23.
- Ennis BJ (1996). Agglomeration and size enlargement (Session summary paper). *Powder Technology*, **88** : 203-225.
- Juslin L, Yliruusi (1996). Granule growth kinetics and attrition of granules made of different materials in a fluidized bed granulator. *STP Pharma Sciences*, **6** (5) : 321-327.
- Liu LX, Lister JD (1993). Spouted bed seed coating: the effect of process variables on maximum coating rate and elutriation. *Powder Technol*, **74** : 215-230.
- Masters K (1988). Drying of droplets/sprays. In : Master K. Spray Drying Handbook, Longman Scientific and Technical, J Wiley and Sons, New York, 298-342.
- Maurel EC (1994). Granulation des poudres : tout un savoir-faire. *Process*, **1095** : 62-65.
- Munns RJ (1989). Optimising milk powders for consumer use. *Food Australia*, **41** (9) : 938-940.
- Ormos ZD (1994). Granulation and coating. In: Chulia D, Deleuil M, Pourcelot Y. *Handbook of Powder Technology, Powder technology and Pharmaceutical processes*. Elsevier, Amsterdam, NL. **9** : 359-377.
- Perry RH (1973). Chemical Engineering Handbook, 4^e éd., Harold B and Ross J Kepler, Mc Graw-Hill, New York, 660 p.
- Seville JPK (2000). Interparticle forces in agglomeration. Proceedings of the 10th International Glatt Symposium on Process Technology, Oct 12-13. Glatt ed, Prague, 1-17.
- Schubert H (1981). Principles of agglomeration. *Int Chem Eng*, **21** (3) : 363-377.
- Waldie B, Wilkinson D, Zachra L (1987). Kinetics and mechanism of growth in batch and continuous fluidised bed granulation. *Chemical Eng Sci*, **42** (4) : 653-665.