



Micro encapsulation

Des sciences aux technologies

Thierry Vandamme

Denis Poncelet

Pascale Subra-Paternault

coordonnateurs

Editions
TEC
& **DOC**

Lavoisier

L'enrobage en lit fluidisé pour la production de microcapsules

Samira El Mafadi et Denis Poncelet

1. Introduction

Il existe divers procédés pour réaliser l'encapsulation et l'enrobage d'ingrédients ou d'additifs alimentaires : l'extrusion, l'évaporation de solvants, la coacervation, la cocrystallisation, le séchage par atomisation, etc. [1]. Le procédé d'enrobage en lit fluidisé est l'un de ces procédés qui permet de produire des particules de type réservoir, c'est-à-dire des particules recouvertes totalement d'une simple couche d'enrobage (figure 1b) ou de plusieurs couches (figure 1a).

Ce chapitre présente un état de l'art de cette technologie allant d'une description générale du procédé même jusqu'à la définition des particules à enrober, des matériaux d'enrobage et les caractéristiques du produit final. Ce chapitre donne aussi une revue des différents systèmes en lit fluidisé avec une description de chacun de ces systèmes et les optimisations apportées à ce procédé.

2. Généralités sur l'enrobage en lit fluidisé

Dans les industries alimentaires, des tonnes de produits se présentent sous forme de poudres ou de particules solides. Dans beaucoup de cas, les applications industrielles exigent des propriétés bien spécifiques que ces produits naturels ne peuvent pas offrir. Ces produits sont parfois de tailles, de formes, et de compositions très diverses qui rendent leur utilisation difficile ou moins efficace. Non enrobés, ces produits peuvent avoir des caractéristiques aromatiques, gustatives ou chimiques indésirables dans certaines applications ou conduire à la suite de mélanges de certains de ces produits à des interactions entre les composés ou à des réactions indésirables.

Ainsi, l'encapsulation en général ou l'enrobage en particulier peuvent constituer l'une des solutions à ce type de problèmes. Ces procédés permettent l'emprisonne-

ment d'un solide, d'un liquide ou d'un gaz dans un matériau polymère capable de leur conférer des propriétés additionnelles en rapport avec l'application envisagée. L'encapsulation d'ingrédients alimentaires peut conduire à l'amélioration de leur écoulement, à la réduction du nombre de particules fines, et à améliorer leur stabilité au cours du stockage [2]. Pour certains produits, ces procédés permettent de résoudre leur problème de sensibilité à la lumière, à l'oxygène ou à l'humidité. Si un produit se compose de différents constituants pouvant réagir entre eux, l'isolation d'un ou de certains de ces ingrédients par l'encapsulation peut également résoudre ce type de problème. Certains produits peuvent avoir des goûts amers non satisfaisants. Dans ce dernier cas, un agent d'encapsulation peut être mis à profit pour masquer le goût désagréable. Certaines applications pharmaceutiques exigent la libération d'un principe actif à une vitesse contrôlée d'où la nécessité de l'encapsuler avec un agent adéquat. Dans l'industrie alimentaire, des enzymes, des protéines végétales, des levures, des bactéries ou encore des arômes peuvent être encapsulés dans des maltodextrines, des lipides, des résines, des polysaccharides ou encore dans des protéines.

L'apparition de différents procédés d'encapsulation et d'enrobage résulte du fait qu'aucun de ces procédés ne permet de produire toute la gamme de capsules exigées par les différentes industries. L'enrobage en lit fluidisé permet de produire des capsules comme celle schématisée à la figure 1a, alors que le procédé de séchage par atomisation permet d'obtenir des matrices emprisonnant un coeur dispersé d'une manière aléatoire dans un polymère (figure 1c).

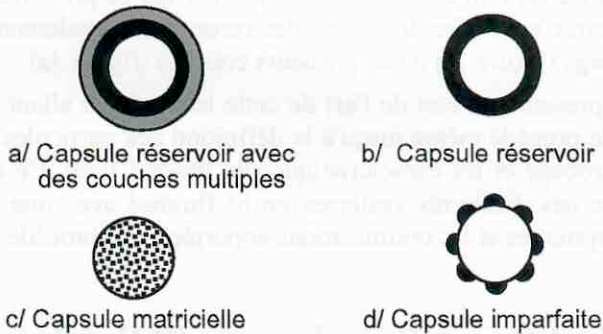


Figure 1 ■ Différents types de capsules.

La technologie des lits fluidisés a été développée à partir des années 1950 principalement dans les industries chimiques. Son application pour l'enrobage des particules est relativement récente et a été développée essentiellement pour répondre à la forte demande des industries pharmaceutiques, chimiques, cosmétiques et alimentaires. Étant souvent utilisés pour la production de lots coûteux, les lits fluidisés ont été utilisés essentiellement dans les industries pharmaceutiques et cosmétiques pour compenser le coût du procédé par le prix élevé des produits finaux. Leur utilisation dans les industries alimentaires, par rapport au séchage par atomisation, est actuellement limitée aux produits ayant une haute valeur ajoutée. Actuellement, cette tendance est en cours de changement qui est lié à

l'amélioration des performances de cette technologie. Par exemple, l'utilisation des lits fluidisés continus permet de réduire le coût de la production et pourra par conséquent constituer une alternative pour l'enrobage des produits alimentaires.

3. Théorie sur la fluidisation et sur le procédé d'enrobage

3.1. Fluidisation

La fluidisation consiste à faire passer une phase fluide (très souvent un gaz) à travers un lit de particules, supportées par une grille, pour les mettre en suspension (figure 2). Le terme fluidisation vient du fait que la suspension gaz/solide est amenée dans un état semblable à celui des fluides.

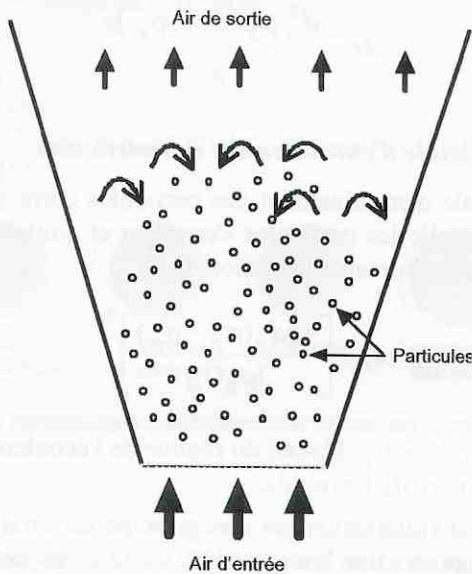


Figure 2 ■ Principe de la fluidisation.

Plusieurs auteurs [3-4] ont décrit les différentes configurations en fonction de la vitesse de l'air. L'état du lit fluidisé dépend essentiellement de la vitesse de l'air, des propriétés de la poudre et peut-être défini globalement par deux équations exprimant la vitesse minimale de fluidisation et la vitesse minimale d'entraînement des particules.

3.1.1. Vitesse minimale de fluidisation

La vitesse minimale de fluidisation u_{mf} est la vitesse limite du fluide à partir de laquelle le lit fluidisé s'établit et les particules sont mises en suspension. Si on continue à augmenter la vitesse d'injection du fluide, le phénomène de bullage

apparaît. Cette vitesse ne correspond pas à la vitesse réelle du gaz dans le lit qui est supérieure et qui résulte d'un diamètre de section de passage plus faible (présence des particules).

La vitesse minimale de fluidisation est donnée par les équations 1 et 2 :

$$U_{mf} = \frac{(\rho_p - \rho_g)^{0,934} g^{0,934} d_p^{1,8}}{111 \mu^{0,87} \rho_g^{0,066}} \quad dp < 100 \mu m \quad (1)$$

$$U_{mf} = \frac{\mu}{\rho_g d_p} \left\{ (1135,7 + 0,0408 Ar)^{1/2} - 33,7 \right\} \quad dp > 100 \mu m \quad (2)$$

Avec ρ_p et ρ_g qui sont respectivement la densité des particules et celle de l'air, d_p est le diamètre des particules, μ est la viscosité de l'air, Ar est le nombre d'Archimède donné par l'équation 3 :

$$Ar = \frac{d_p^3 \rho_g (\rho_p - \rho_g) g}{\mu^2} \quad (3)$$

3.1.2. Vitesse minimale d'entraînement des particules

La vitesse minimale d'entraînement des particules correspond à la vitesse du fluide à partir de laquelle les particules s'envolent et quittent le lit fluidisé. Elle est donnée par la relation suivante (équation 4) :

$$u_t = \left[\frac{4gd_p(\rho_p - \rho_g)}{3\rho_g C_D} \right]^{0,5} \quad (4)$$

Le coefficient de traînée C_D dépend du régime de l'écoulement subi par les particules et donc du nombre de Reynolds.

Par son principe, la fluidisation par son principe est un système qui doit être bien contrôlé pour apporter une homogénéité. Cette homogénéité le rend applicable à plusieurs opérations comme le séchage, la granulation, le transport pneumatique et l'enrobage.

3.2. Enrobage en lit fluidisé

Le principe de l'enrobage en lit fluidisé est représenté sur la figure 3 par un système d'enrobage avec pulvérisation par le haut « top spray ». Les particules à enrober sont introduites dans la cuve d'enrobage à l'aide d'un courant d'air et le produit d'enrobage est pulvérisé à travers la buse de pulvérisation sur les particules, formant une membrane.

L'application d'un film d'enrobage sur une particule solide est très complexe. La couche d'enrobage ne se forme pas après un simple passage par la zone de pulvérisation, mais se forme après un grand nombre de passages successifs permet-

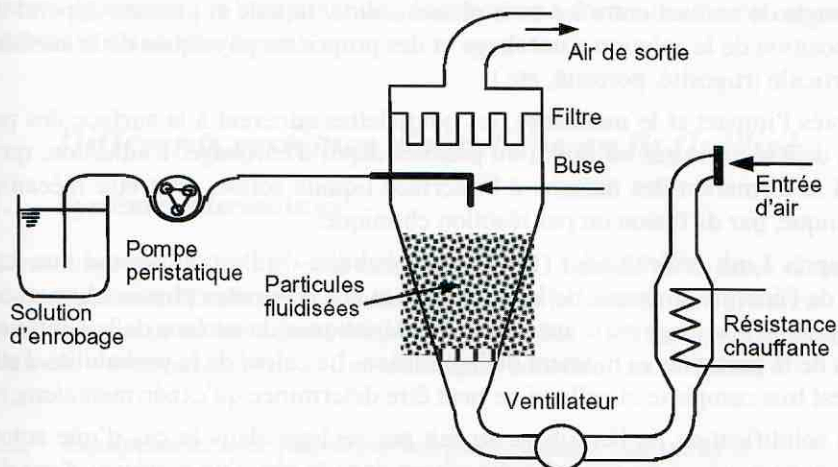


Figure 3 ■ Principe d'enrobage en lit fluidisé.

tant de couvrir complètement la surface de la particule. Le mouillage des particules, le contact gouttelette-particule, la coalescence et l'évaporation des gouttelettes comme illustré dans la figure 4, se produisent presque simultanément pendant le procédé d'enrobage [5].

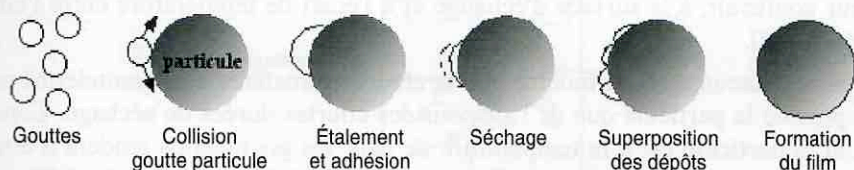


Figure 4 ■ Différents mécanismes conduisant à la formation d'un enrobage.

Les gouttes entrent en collision avec les particules surtout par inertie ou par interceptions [6]. La quantité de gouttes captées par chacune des particules dépend du mécanisme de collision, du nombre, de la taille et de la vitesse des gouttes par rapport aux particules ainsi que de l'effet de la turbulence. Le taux de collisions ou de probabilité d'impact dans la zone de pulvérisation est défini par le rapport entre le débit massique des gouttes captées par unité de surface frontale de l'objet et la densité de flux massique des gouttes [6].

Suite à la collision, la goutte s'étale à la surface de la particule et prend la forme d'une calotte hémisphérique. L'étalement nécessite l'énergie correspondant au travail de mouillage (W). Cette énergie est apportée sous forme d'énergie cinétique au moment de l'impact et dépend de la tension de surface σ ainsi que de l'angle de contact θ [7].

$$W = -\sigma \cdot \cos \theta$$

L'angle de contact entre les trois phases solide, liquide et gazeuse dépend de la composition de la solution d'enrobage et des propriétés physiques de la surface de la particule (rugosité, porosité, etc.).

Après l'impact et le mouillage, les gouttelettes adhèrent à la surface des particules déjà recouvertes ou non d'un premier dépôt d'enrobage. L'adhésion, qui est due à la formation des liaisons à l'interface liquide solide, peut être mécanique, thermique, par diffusion ou par réaction chimique.

D'après Link et Schlunder (1997), la probabilité d'adhésion dépend non seulement de l'énergie cinétique de la gouttelette et des propriétés physicochimiques de la solution d'enrobage mais aussi des caractéristiques de surface de la goutte et de celles de la particule au moment de la collision. Le calcul de la probabilité d'adhésion est très complexe et celle-ci ne peut être déterminée qu'expérimentalement.

La solidification de l'enrobage se fait par séchage dans le cas d'une solution d'enrobage aqueuse ou par refroidissement dans le cas d'un matériau d'enrobage fondu « *hot melt* ». Dans ce dernier cas, l'air circulant sera à une température inférieure à celle du point de fusion de l'enrobage.

Dans le cas de la solidification par séchage, le solvant s'évapore et est entraîné dans l'air. La différence de température entre les gouttes de la solution et l'air de séchage entraîne un transfert de chaleur par convection de l'air vers les gouttelettes. Le flux de chaleur transféré est proportionnel au coefficient de transfert de chaleur goutte/air, à la surface d'échange et à l'écart de température entre l'air et les gouttes [8].

D'autres auteurs [9] ont montré que la chaleur transférée aux gouttelettes provient plus de la particule que de l'air pour des courtes durées de séchage. Cependant, si la particule est à la température de l'air, les gouttelettes tendent à être à cette température. Dans ce cas, la force motrice de séchage vient de la différence de concentration en eau entre l'air et la surface des gouttelettes déposées sur la particule.

Au cours des cycles d'enrobage, les gouttes sont réparties de manière aléatoire sur toute la surface de la particule. La continuité de la couche déposée s'établit par coalescence entre gouttes voisines et superposition de l'enrobage déposé à chaque cycle.

La qualité de l'enrobage est évaluée en fonction des objectifs recherchés : cinétique de libération (dissolution) de l'enrobage [10] et la quantité de substance active libérée au cours du temps [11]. Qualitativement, l'observation des surfaces des particules au microscope électronique à balayage permet une appréciation visuelle directe de l'aspect de l'enrobage (état de surface, absence ou présence de cratères, etc.) [12]. La qualité de l'enrobage est améliorée lorsque la solution d'enrobage est diluée et les gouttes issues de la pulvérisation sont plus fines [10].

Durant le procédé d'enrobage, il y a formation d'une couche d'enrobage homogène autour de la particule donnant une structure similaire à celle schématisée à la figure 1b. La formation d'un enrobage multicouche (figure 1a) consiste à pulvériser successivement différents matériaux d'enrobage. Ces matériaux peuvent être sous forme d'une poudre formant la couche d'enrobage dans laquelle sont

présents également un liant et/ou un plastifiant. La forme résultante ressemble à la structure d'une framboise.

4. Différents systèmes d'enrobage en lit fluidisé

4.1. Systèmes discontinus

L'enrobage en lit fluidisé peut être appliqué à l'aide de différentes techniques discontinues se différenciant par la disposition de la buse de pulvérisation. Celle-ci peut être placée en haut du lit « *top spray* », en bas « *bottom spray* » ou tangentielle « *tangential spray* ». Ces techniques sont décrites ci-après.

4.1.1. Équipement avec pulvérisation par le haut « *top spray* »

La technique d'enrobage avec pulvérisation par le haut a été développée à partir du sécheur conventionnel en lit fluidisé. Cette technique se caractérise par une pulvérisation du matériau d'enrobage à contre-courant (figure 5). La buse de pulvérisation est placée à l'extrémité supérieure de la chambre d'enrobage, donc à la surface du lit des particules.

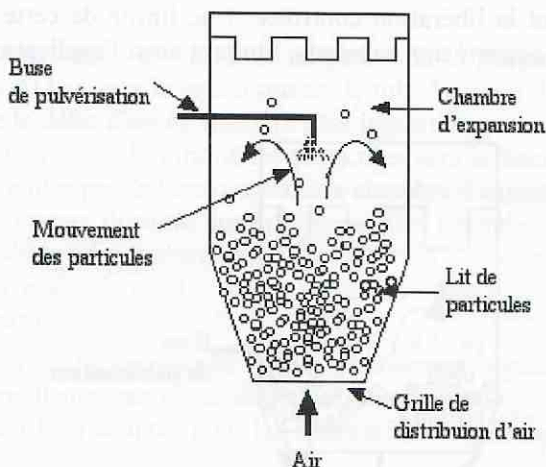


Figure 5 ■ Équipement d'enrobage en « *top spray* ».

Cette technique permet l'enrobage de particules allant de 100 μm jusqu'à environ 2 mm sans agglomération.

Les particules sont placées dans une cuve conique ou cylindrique et sont retenues par une grille au fond de la cuve. L'air traversant la grille de distribution fluidise les particules qui entrent en contact avec les gouttelettes dans la zone de pulvérisation. Ces particules passent dans la zone d'expansion au-delà de la buse de pulvérisation dans laquelle le surplus de solvant est évaporé par l'air chaud.

La grande capacité des cuves ainsi que l'accès facile aux buses sont les principaux avantages de cette technique. Cependant, la qualité du film n'est pas excellente et le séchage des gouttelettes de pulvérisation avant le contact avec les particules est très important à cause du mouvement à contre-courant de la pulvérisation. La qualité de l'enrobage obtenu n'est pas adaptée à la libération contrôlée du principe actif à enrober mais suffisante pour le masquage de goût ou le changement de l'aspect de la poudre (texture, couleur) [4].

4.1.2. Équipement avec pulvérisation tangentielle « tangential spray »

Cette technique a été développée de manière à fabriquer des granulés plus sphériques et plus denses. La pulvérisation est appliquée tangentiellement au mouvement des particules (figure 6). Le rotor consiste en un disque plein tournant sur un axe à l'intérieur de la cuve à produit. Ce disque est ajustable en hauteur créant un espace à la périphérie du disque permettant le passage de l'air dans la cuve. Les particules décrivent une trajectoire hélicoïdale due à l'effet combiné sur celles-ci des forces centrifuges du disque de soulèvement de l'air et de la gravité. Parallèlement à ce mouvement, la buse pulvérise tangentiellement de fines gouttelettes dans le lit de particules. La qualité du film obtenu est comparable à celle obtenue par le procédé Wurster décrit ci-dessous, ce qui permet des applications similaires incluant la libération contrôlée. Une limite de cette technique est le stress mécanique apporté aux substrats, limitant ainsi l'application à des substrats peu friables.

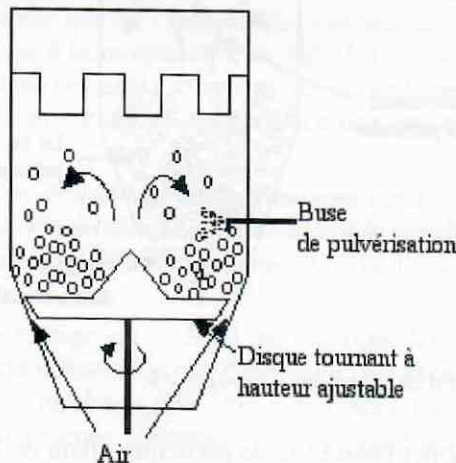


Figure 6 ■ Équipement d'enrobage en « tangential spray ».

4.1.3. Équipement avec pulvérisation par le bas « bottom spray »

La buse est située en fond de cuve et la pulvérisation se déroule à co-courant des particules. Cette configuration présente l'avantage de diminuer le risque de séchage des gouttes avant leur dépôt sur les particules.

En 1950, Dale Wurster améliore ce principe général en ajoutant un cylindre central, appelé « tube Wurster », dans la chambre de pulvérisation et un courant gazeux auxiliaire (figure 7).

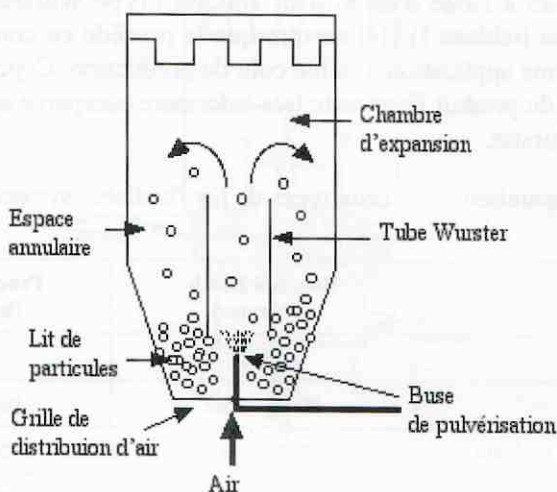


Figure 7 ■ Équipement d'enrobage en « Bottom Spray ».

La buse de pulvérisation est installée au centre de la plaque et pulvérise des fines gouttelettes du bas vers le haut à travers le tube Wurster. La plaque du fond de cuve distribue le débit d'air de manière plus importante au centre qu'à la périphérie. Le débit d'air central entraîne les particules vers le haut à travers le tube Wurster. Les particules passent ensuite dans la chambre d'expansion où le solvant s'évapore et leur vitesse diminue jusqu'à ce qu'elles retombent à l'extérieur du tube vers le fond de la cuve (espace annulaire). Dans la partie annulaire inférieure de la cuve, les particules forment un lit fluidisé. Elles sont à nouveau entraînées à travers le tube pour un nouveau cycle d'enrobage.

Le procédé Wurster se caractérise par un mouvement régulier des particules, permettant une meilleure qualité de dépôt du film d'enrobage sur les particules. Cette technique est bien adaptée pour les applications à libération contrôlée d'un principe actif.

4.2. Systèmes continus

Les procédés continus ont été développés dans l'industrie alimentaire pour l'enrobage de fruits secs, des graines, des céréales, en utilisant des convoyeurs à bandes et des tambours. La nécessité d'enrober des particules d'une manière continue a été accentuée avec l'utilisation répandue du séchage par atomisation et de ses dérivés. Ces types de procédés produisent un système matriciel avec une faible qualité d'enrobage et sont limités aux fines particules ($< 100 \mu\text{m}$) [13].

Pour obtenir une qualité d'enrobage de meilleure qualité, les procédés continus semblent être une alternative intéressante pour réaliser l'enrobage de fines particules à un coût réduit. En effet, une comparaison des caractéristiques d'un lot de particules enrobées à l'aide d'un lit d'air fluidisé (Type Wurster) et un système horizontal continu (tableau 1) [14] montre que le procédé en continu est la seule alternative pour une application à faible coût de production. Cependant, la qualité et l'homogénéité du produit final reste très inférieure comparée au produit obtenu par le procédé Wurster.

Tableau 1 ■ Comparaison entre deux types de lits fluidisés : système discontinu et le système continu.

	Procédé Batch (Wurster)	Procédé continu (horizontal)
Volumes	120 L	120 L
Débit (kg)	50 kg/heure	100 kg/heure
Prix d'équipement en 2004	750 000 €	500.000 €
Coût de l'opération d'enrobage (€/kg)	≈ 1,5 €/kg	≈ 0,5 €/kg
Qualité du produit final	Excellente <i>Capsule type réservoir</i> (figures 1a et 1b) <i>Enrobage uniforme</i>	Passable <i>Présence de capsules avec</i> <i>un enrobage incomplet</i> (figure 1d)

4.2.1. Lit fluidisé continu monocellulaire

Un lit fluidisé continu monocellulaire classique (figure 8) est équipé d'un mode de pulvérisation par le haut « *top spray* » aménagé d'un côté pour l'alimentation en produits et d'un autre côté pour récupérer en continu les particules enrobées dont la densité est un peu plus élevée.

4.2.2. Lit fluidisé continu horizontal

Un lit fluidisé horizontal (figure 9) : a une dimension de quelques mètres de long avec une alimentation assurée à une extrémité et un déchargement à l'autre. Le système est équipé de plusieurs buses successives qui pulvérisent le liquide d'enrobage ou de granulation sur les particules. Celles-ci sont en mouvement horizontal vers la sortie. Ces systèmes ont été essentiellement développés pour la granulation des poudres issues du séchage par atomisation.

4.2.3. Lit fluidisé continu multicellulaire

Un lit fluidisé multicellulaire est un lit fluidisé horizontal divisé en quatre ou cinq compartiments connectés les uns aux autres avec des ailerons réguliers. Ce système donne des capsules de mauvaises qualités puisque la surface des parti-

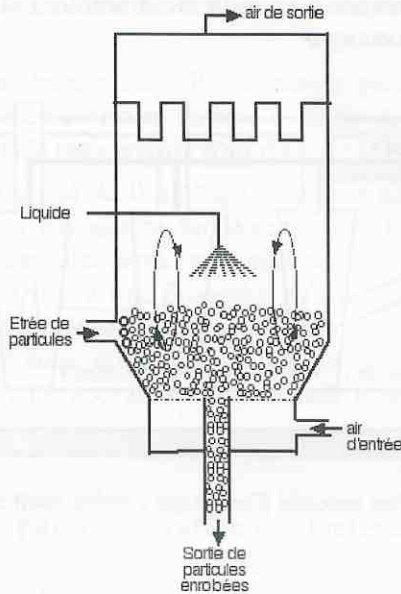


Figure 8 ■ Dispositif d'un procédé d'enrobage continu monocellulaire.

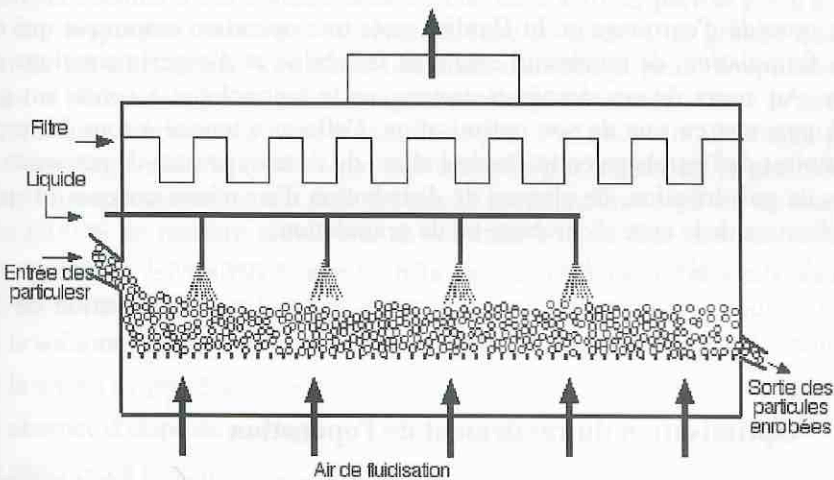


Figure 9 ■ Dispositifs d'un procédé d'enrobage horizontal continu.

cules n'est pas totalement recouverte d'enrobage (figure 1d). Cependant, les particules obtenues par ce système reste de meilleure qualité que celles obtenues par séchage par atomisation. Cette technique d'enrobage peut être mise à profit pour assurer un masquage de goût.

Un autre type de lit fluidisé multicellulaire (figure 10) [15] consiste en plusieurs systèmes de lots de petites tailles connectés l'un à l'autre par un système de transport, de dosage ou de classification. Cet appareil a été reproduit par Glatt,

pour combiner les avantages d'un système discontinu et d'un système continu dans l'industrie pharmaceutique.

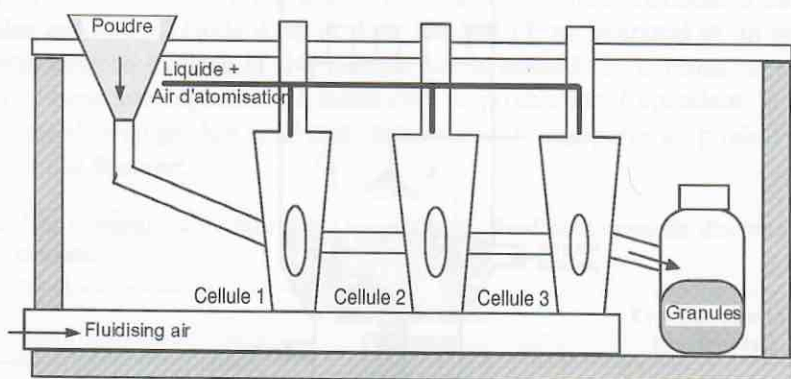


Figure 10 ■ Dispositifs d'un procédé d'enrobage continu multicellulaire.

5. Optimisation des performances du procédé d'enrobage en lit fluidisé

Le procédé d'enrobage en lit fluidisé reste une opération empirique qui exige après formulation, de nombreux essais de faisabilité et d'expérimentations préalables. Au cours de ces dernières années, cette technologie a connu un grand développement en vue de son optimisation. Celle-ci a touché à tous les aspects opératoires de l'enrobage en lit fluidisé allant du développement de nouveaux systèmes de pulvérisation, de plaques de distribution d'air mieux conçues jusqu'à la modélisation de la cuve d'enrobage ou de granulation.

Aussi, des études ont été réalisées afin de mieux définir les critères permettant d'évaluer le succès de n'importe quelle approche d'amélioration de cette opération.

5.1. Optimisation du rendement de l'opération

Le rendement ou l'efficacité d'enrobage a été défini par Dewettinck [16] par l'équation suivante :

$$Ec = \frac{Wc}{Wcs DM},$$

et

$$Wc = Wp \left(\frac{w}{1-w} \right)$$

Avec Wc , la masse d'enrobage déposé (g), w le pourcentage d'enrobage dans les particules, Wp est la masse des particules à enrober (g), Wcs est la masse de

la solution d'enrobage (g), et DM est la teneur en matière sèche dans la solution d'enrobage.

Cette efficacité d'enrobage a été utilisée comme paramètre de réponse pour étudier l'effet de certaines variables comme la taille des particules initiales, la pression d'atomisation et la température d'air d'entrée [17].

L'expression de l'efficacité de l'enrobage ne donne aucune information quant à la qualité des capsules formées ni sur le rendement thermique de l'opération. En effet, la qualité des capsules formées ne peut pas être exprimée d'une manière générale puisqu'elle est liée à une propriété ou une fonction bien déterminée comme la libération contrôlée du principe actif pendant un temps défini. L'efficacité thermique est un autre critère de qualité qui correspond au rapport entre la chaleur utilisée pour l'évaporation et la chaleur totale imposée au début de l'opération.

5.2. Optimisation par amélioration des matériaux d'enrobage (procédé « *hot melt* » et enrobage à sec)

Pour la plupart des cas, la solution d'enrobage doit avoir une faible viscosité pour lui permettre de passer à travers la pompe. Cette solution est préparée dans un solvant adéquat à des concentrations allant de 2 à 10 %, parfois jusqu'à 30 % pour des dispersions dans des systèmes à base de latex. Une grande quantité d'énergie est consommée lors d'une opération d'enrobage pour l'évaporation du solvant et pour atteindre un pourcentage d'enrobage très faible. Ainsi, le *hot melt* peut être une alternative à cette situation. Il peut s'adapter aux différents systèmes d'enrobage, mais le système par pulvérisation par le haut est le plus souvent utilisé. La particularité du *hot melt* est que le produit d'enrobage est un matériau fondu (100 % de matière sèche) qui se solidifie à la surface des particules en contact avec de l'air à température ambiante. Ainsi, le procédé *hot melt* a des avantages plus intéressants pour la production :

- 1) la solution pulvérisée est constituée à 100% de l'agent d'enrobage ;
- 2) le temps de procédé est plus court ;
- 3) absence d'étape de séchage ;
- 4) absence de solvant.

Une des limitations du procédé « *hot-melt* » c'est pour l'enrobage des produits thermosensibles ce qui ouvre la voie à d'autres procédés comme l'enrobage à sec « *dry coating* ». Ce dernier consiste à enrober les particules avec une fine poudre en utilisant un plastifiant.

5.3. Optimisation par amélioration de la forme et par modélisation

Le procédé en lit fluidisé a été amélioré d'une manière permanente en touchant à tous les types de procédé mentionnés ci-dessus. Le procédé Wurster semble

être le procédé finalisé et le mieux adapté à l'opération de l'enrobage. Aussi, le procédé en lit fluidisé continu en fort développement pourra rendre l'utilisation de l'enrobage dans les industries alimentaires moins coûteux, mais ceci exige d'abord une optimisation du procédé mis en œuvre pour la fabrication de lots pilotes. Quelques investigations significatives ont été effectuées à cette fin par des modélisations [18-21]. Ces modèles se reposant sur quelques paramètres permettent de prévoir l'accroissement de la taille des particules au cours de l'enrobage, de prévoir l'épaisseur de la couche d'enrobage formée, de prévenir l'agglomération et de prédire les profils de température dans le procédé ou encore d'estimer le rendement de l'opération d'enrobage.

5.3.1. La taille des gouttelettes d'enrobage

Plusieurs auteurs se sont intéressés à la caractérisation de la taille des gouttelettes comme étant un paramètre primordial pour l'opération d'enrobage. Des corrélations semi-empiriques ont été développées pour prédire cette taille en fonction des propriétés de la solution d'enrobage, des conditions opératoires et du type ainsi que de la buse utilisée. Ces corrélations peuvent s'écrire d'une manière générale [22] :

$$D = \frac{A}{(U_r^2 \cdot \rho_{liq})^\alpha} + B \cdot \left(\frac{10^3 \cdot Q_{liq}}{Q_g} \right)^\beta$$

Où A et B sont des variables dépendant de la géométrie de la buse et des propriétés de la solution pulvérisée alors que α et β sont des constantes dépendant seulement de la géométrie de la buse pneumatique. U_r est la vitesse relative entre l'air d'atomisation et le liquide pulvérisé (m/s), ρ_{liq} la densité du liquide (kg/m^3), Q_g et Q_{liq} sont respectivement le débit de l'air et du liquide (m^3/s).

5.3.2. Le temps d'évaporation

Le temps d'évaporation est donné par la relation suivante [23] avec la pression de vapeur et le nombre de Reynolds faible.

$$t_{total} = \frac{\lambda \rho_l \cdot (d_0^2 - d_c^2)}{8K_d (T_a - T_s)} + \frac{\lambda d_c^2 \rho_p \cdot (X_c - X_f)}{12K_d \Delta T_{av}}$$

Avec d_c le diamètre critique des gouttelettes, d_0 le diamètre capillaire, k_d la conductivité thermique, ρ_l la densité du liquide, ρ_p la densité des particules, X_c la teneur en eau critique, X_f la teneur en eau finale des particules après séchage, T_s la température à la surface des particules, T_{av} la température moyenne et λ la chaleur latente de vaporisation.

5.3.3. Le débit massique des particules

Le débit massique des particules est donné par l'équation suivante [24] :

$$Q_{ms} = \rho_p \cdot 5,92 \cdot 10^{-5} \left[\frac{d_p}{\phi D_c} \right]^{0,05} \left[\frac{D_i}{D_c} \right]^{-2,6}$$

Avec d_p le diamètre de la particule, D_i le diamètre équivalent du lit, D_c le diamètre équivalent de la fonte d'air et ϕ le degré de sphéricité.

Il existe d'autres paramètres non mentionnés ici où le modèle dépend beaucoup du type du lit fluidisé, de la forme, de la vitesse des particules, du temps de séjour, etc.

6. Matériaux d'enrobage

Comme mentionné précédemment, le rôle de l'enrobage est de répondre à une variété d'objectifs esthétiques ou protecteurs. Les matériaux d'enrobages utilisés dans l'industrie alimentaire et pharmaceutique sont généralement une reproduction de ce qui est employé au séchage par atomisation, par exemple, des hydrocarbures, des protéines et des lipides [13]. Ces matériaux sont sous forme liquide afin de pouvoir les pomper et les pulvériser et pour cela, ils sont dissous ou dispersés dans un solvant. Leur utilisation exige également de la formulation et des essais de faisabilité et d'optimisation des concentrations pour avoir un enrobage homogène et de qualité.

Des solvants organiques sont employés dans quelques cas spécifiques, mais l'eau reste le solvant préféré dans l'industrie alimentaire (et de plus en plus dans les autres industries) et ce, pour trois raisons : l'eau est un solvant comestible dont l'obtention est aisée ayant un coût faible et facile à manipuler par rapport à d'autres solvants. Les nouveaux règlements internationaux deviennent de plus en plus sévères au sujet de la libération des solvants dans l'atmosphère et de leur concentration dans les aliments, dans les comprimés ou dans les produits cosmétiques.

Le coût des matériaux d'enrobage devient une priorité dans les industries alimentaires pour rendre l'utilisation du procédé économiquement rentable. Parmi ces matériaux, on peut citer :

- 1) les hydrates de carbone comme les sucres, les maltodextrines, les amidons, les dérivées de la cellulose et les gommes ;
- 2) les protéines comme la gélatine ;
- 3) les lipides et les cires comme la paraffine et le phytowax (huile végétale à base d'huile d'olive) ;
- 4) les matériaux d'origine naturelle comme la gomme laque (Shellac®).

7. *Caractérisation des particules enrobées*

Parmi les trois types d'efficacité mentionnée ci-dessus, la qualité de l'enrobage est probablement le critère le moins difficile à définir puisque c'est relatif aux propriétés des particules enrobées. La caractérisation des particules enrobées peut donner quelques informations sur les propriétés fonctionnelles de la poudre enrobée et sur l'efficacité de l'enrobage.

Quelques caractéristiques des particules enrobées sont décrites ci-dessous :

- **Le contrôle de la libération de l'actif** est une des caractéristiques principales des capsules. Ces capsules qui sont des barrières protectrices contre l'environnement tels que l'oxygène, l'humidité, etc., sont conçues pour libérer le noyau (coeur de la capsule) lentement (par diffusion) ou soudainement (par dissolution, par rupture) en utilisant différents mécanismes tels que le chauffage, la rupture mécanique ou chimique ou par modification du pH, etc. Il existe plusieurs moyens pour mesurer les propriétés de la membrane indépendamment de l'application et du but de l'enrobage. Généralement, les particules enrobées sont placées dans un environnement ayant des propriétés similaires aux conditions réelles de l'application ; ainsi le coeur diffusé ou le matériau d'enrobage dissous dans le milieu sont quantifiés en fonction du temps ;
- **La taille des capsules** est la caractéristique la plus mesurée des particules. Son utilisation dans l'évaluation de la qualité des enrobages exige des méthodes très sensibles de mesure puisque la couche finale de l'enrobage est d'environ 25 μm . Pour en déterminer sa taille, l'utilisation du microscope reste la meilleure méthode de mesure. Toutefois, c'est une technique encombrante. Pour cette raison, la technique de dispersion de la lumière pour l'analyse granulométrique peut aider efficacement ;
- **La morphologie de la capsule** peut être un critère de qualité d'une opération d'enrobage quand elle est directement mesurée parallèlement à la taille. Ceci est le cas de la structure externe de la capsule. La mesure de la structure interne exige le découpage ou la rupture d'un certain nombre de particules pour examiner la surface intérieure de la capsule. Ceci est généralement réalisé en enfonçant des capsules dans un milieu approprié qui peut se solidifier rapidement. Ce milieu solidifié (ex. : paraffine) est coupé en tranches sur lesquelles quelques couches de capsules peuvent être analysées sous un microscope électronique à balayage ;
- **La résistance de la capsule** est une propriété mécanique qui est exigée pour prévoir le comportement des poudres enrobées pendant leurs stockages ou au cours des procédés dans lesquels elles sont impliquées. Ce paramètre est crucial si la rupture mécanique est l'élément déclencheur pour assurer la libération. La majorité des méthodes de caractérisation de la résistance de la poudre sont basées sur la compression axiale d'une capsule seule ou d'un tas de poudres [25] menant à la détermination de la force maximale qui peut être maintenue sur des capsules sans qu'elles ne soient endommagées. D'autres

font appel à des essais de friabilité ou d'abrasion en se basant sur une forte agitation ou des percussions pendant un temps donné. Cet essai est suivi d'une analyse granulométrique et des tests de libération pour évaluer l'effet de l'agitation ;

- **L'analyse sensorielle** de la capsule fournit des informations utiles sur les différentes propriétés esthétiques et sensorielles de la poudre enrobée telles que la couleur, la forme, le goût, la saveur, et la rugosité. Différents échantillons de la poudre enrobée sont examinés par un groupe de personnes qualifiées (jury sensoriel). La tendance actuelle est de développer des robots qui peuvent remplacer le palai humain et donner des informations plus précises sur ces propriétés sensorielles. Cependant, l'intervention humaine reste essentielle du fait que les robots distinguent individuellement ces propriétés alors que le choix se fait généralement sur leur combinaison.

8. Conclusion

L'enrobage des poudres alimentaires et pharmaceutiques répond à une réelle demande pour répondre à divers objectifs. Actuellement, ces objectifs sont réalisés par le procédé de séchage ou de granulation par atomisation avec dans beaucoup de cas malheureusement encore des résultats insuffisants. Ceci peut expliquer pourquoi le volume réel de poudre alimentaire enrobée est encore relativement faible comparé au potentiel énorme qui existe. Les différents types de procédés d'enrobages en lit fluidisé peuvent apporter des réponses satisfaisantes aux demandes d'enrobages. Toutefois, ces techniques restent coûteuses pour des produits alimentaires commercialisés à des prix peu onéreux. Le déficit actuel est de se concentrer davantage sur l'évolution des équipements (instrumentation et commande) qui conduira à l'amélioration de la qualité de l'enrobage en lit fluidisé dans les systèmes continus et leurs applications pour l'enrobage des produits alimentaires et pharmaceutiques.

Références bibliographiques

- [1] Arshady R (1993). Microcapsules for food. *Journal of Microencapsulation*, **10** (4) : 413-435.
- [2] DeZarn TJ (1995). Food ingredient encapsulation. An overview. In : ACS Symposium Series [Ingredients Encapsulation Symposium].
- [3] Geldart D (ed.) (1987). Single particles, fixed and quiescent beds, in Gas fluidisation Technology, Geldart, John Wiley & sons, Chichester.
- [4] Jones D (1994). Air suspension coating for multiparticulates. *Drug development and industrial pharmacy*, **20** (20) : 3175-3206.
- [5] Jones DM (1988a). Air suspension coating. *Pharmaceutical technology Encyclopedia*, 189-216.
- [6] Link KC et Schlunder EU (1997). Fluidized bed spray granulation - investigation of the coating process on a single sphere. *Chemical Engineering Process*, **36** : 215-230.

- [7] Guignon B (2001). L'enrobage de solides divisés en réacteur à lit fluide. In : *Département Génie Industriel Alimentaire de L'ENSIA. École nationale des Industries agricoles et alimentaires*, Paris : 136.
- [8] Masters K (1988b). Atomization. In : *Spray drying handbook*, W.a. Sons (ed.), Longman Scientific and Technical : New York.
- [9] Becher ED et Schlünder EU (1997). Fluidized bed granulation: gasflow, particle motion and moisture distribution. *Chemical Engineering and Processing*, **36** : 261-269.
- [10] Kleinbach E et Riede T (1995). Coating of solids. *Chemical Engineering and Processing*, **34** : 329-337.
- [11] Wan LSC et Lai WF (1992). An applications of tack measurement to fluidized bed coating. *STP Pharma sciences*, **2** (5) : 404-410.
- [12] Mehta AM et Jones DM (1985). Coated Pellets under the microscope. *Pharmaceutical Technology*, 52-60.
- [13] Jackson LS et Lee K (1991). Microencapsulation and the food industry. *Lebensm-Wiss u.-Technol*, **24** : 289-297.
- [14] Teunou E et Poncelet D (2002). Batch and continuous fluid bed coating - review and state of the art. *Journal of Food engineering*, 2002. 53(4): p. 325-340.
- [15] Leuenberger H (2000). Pseudo continuous fluid bed processing : The glatt multi cell concept. in *Proceeding of the 10th International Glatt Symposium on Process Technology*. Prague.
- [16] Dewettinck K et Huyghebaert A (1998). Top-spray fluidized bed coating : effect of process variables on coating efficiency. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, **31** (6) : 568-575.
- [17] Dewettinck K (1998). *Fluidized bed coating in food technology: process and product quality*. Thèse de doctorat university de Gent : 309.
- [18] Alden M, Torkington P et Strutt CR (1988). Control and instrumentation of a fluidized bed using the temperature difference technique. I. Development of a working model. *Powder Technology*, **54** : 15-25.
- [19] Dewettinck K *et al.* (1999). Modeling the steady-state thermodynamic operation point of top-spray fluidized bed processing. *J Food Engineering*, **39** (2) : 131-143.
- [20] Diego LF, Gayan P et Adanez J (1995). Modelling of the flow structure in circulating fluidised beds. *Powder Technology*, **85** : 19-27.
- [21] Fyhr C et Kemp C (1999). Mathematical modelling of batch and continuous well-mixed fluidised bed dryers. *Chemical Engineering and Processing*, **38** : 11-18.
- [22] Masters K (1988). Atomization. In : *Spray Drying Handbook*. Longman Scientific and Technical, J. Wiley & Sons, New York, 298-342.
- [23] Mörl LaD J. Using Lasentec FNRM in process particle characterisation in fluid bed application – Preparing for Process Control, in *Lasentec Technical Abstract*, M-2-007.
- [24] Rocha SCS et OPTAGE (1995). Ayub, Aerodynamics and heat transfer during coating of tablets in two dimensional spouted bed. *The Canadian Journal of chemical Engineering*, **73** : 308-312.
- [25] Shubert H (1987). Food particle technology. Part II. Properties of particles and particulate food systems. *J Food Engineering*, **6** : 1-32.