

MÉTHODE DE DÉTERMINATION PAR TAMISAGE EN PHASE LIQUIDE DE LA TAILLE DES PARTICULES CONTENUES DANS UN ALIMENT GRANULÉ POUR LAPINS

LEBAS F., LAMBOLEY B.

Station de Recherches Cunicoles, INRA Centre de Toulouse, BP 27, 31326 CASTANET TOLOSAN Cedex (France)

e-mail : lebas@toulouse.inra.fr

RÉSUMÉ : Une méthode est proposée pour déterminer la taille des particules contenues dans les aliments présentés sous forme agglomérée (granulés). Les différentes étapes de mise au point de la méthode sont décrites. La technique finalement retenue inclut d'abord une phase de délitement de 30 g d'aliment dans 600 ml d'eau. Ce délitement est aidé par un traitement aux ultrasons de 2 fois 10 minutes. Le mélange eau + aliment est ensuite tamisé sur un tamiseur vibrant dans les 3 dimensions à 2800 oscillations par minute. Il est muni de 1 à 4 tamis d'un diamètre de 200 mm. Les tamis normalisés utilisés ont des mailles carrées 1,000 - 0,500 - 0,315 et 0,100 mm. Ces types de tamis ont été choisis en fonction de la taille des particules physiologiquement actives chez le lapin d'après la littérature (particules inférieures à 0,1 mm et supérieures à 0,3 mm). Un tamis à maille de 0,050 mm a été essayé mais a finalement été éliminé; en effet, il ne retenait qu'une faible partie de la matière sèche (1 à 4%), mais surtout occasionnait des colmatages. Pendant les 8 premières minutes du tamisage, un flux d'eau arrivant sur le premier tamis entraîne les particules d'un tamis à l'autre. L'eau de tamisage, les fractions solubles et les particules passant à travers le tamis le plus fin ne sont pas récupérées et sont évacuées à l'égout. Les deux dernières minutes de tamisage

s'effectuent sans aspersion d'eau, de manière à évacuer totalement l'eau des différents tamis. Les particules arrêtées par chaque tamis sont récupérées par entraînement avec de l'eau au dessus d'un filtre taré. Les filtres sont ensuite séchés 24h à 103°C, puis pesés. Les quantités de particules retenues sur chaque tamis sont exprimées en pourcentage de la matière sèche de la prise d'essai. La proportion de l'ensemble des particules les plus fines & solubles, est calculée par différence entre la matière sèche de la prise d'essai et la somme des particules retenues sur les différents tamis. Pour obtenir une précision satisfaisante (coefficient de variation inférieur à 5%), il est conseillé d'effectuer au moins 4 déterminations pour chaque aliment granulé étudié. En fin d'article, un exemple d'application est fourni. Il illustre la réduction de la proportion des particules grossières d'un aliment lors de la granulation. La même méthode de séparation des particules par tamisage en phase liquide a été appliquée à un mélange en farine grossièrement broyé, puis au même mélange après granulation. Les particules les plus grossières (>1mm) représentaient 33,7% de la matière sèche dans le mélange en farine et seulement 7,6% après granulation.

ABSTRACT : Liquid phase sifting determination of the size of particles contained in pelleted rabbits feeds.

A method is proposed to determine the size of the particles contained in rabbit feeds presented in agglomerated form (pellets). The various stages of development of the method are described. The technique finally selected includes initially a step of particle separation of 30 g of pellets placed in 600 ml of water. This separation is helped by an ultrasound treatments of 2 times 10 minutes separated by 10 minutes of rest. The mixture of water + food is then filtered on a 3-dimensional vibrating sifter with 2800 oscillations per minute. It is provided with 1 to 4 sieves of a diameter of 200 mm. The standardised sieves used have square meshes with open holes of 1.000 - 0.500 - 0.315 and 0.100 mm. Types of sieves were chosen in relation with physiologically active particles in the rabbit's digestive tract according to the literature (particles smaller than 0.1 mm and greater than 0.3 mm). A sieve with mesh of 0.050 mm was tested, but was finally eliminated; indeed, it retained only one weak part of the dry matter (1 to 4%), but especially caused fillings. During the first 8 minutes of sifting, a water flow arriving on the first sieve carries the particles through the sieves. The sifting water, the soluble fractions and the particles which passed through the

finest sieve are not recovered but are evacuated through the laboratory sewerage system. The two last minutes of sifting are carried out without water sprinkling, so as to completely evacuate the water of the various sieves. The particles stopped by the sieves are recovered in tarred filters by means of a water flow. The filters are then dried 24h at 103°C, and then weighed. The quantity of particles retained on each sieve is expressed as a percentage of the dry matter of the test specimen. The proportion of the finest particles + soluble fraction is calculated as the difference between the dry matter of the test specimen and the sum of the particles retained on the various sieves. To obtain an acceptable precision (coefficient of variation lower than 5%), it is advised to carry out at least 4 determinations for each studied pelleted feed. At the end of the article, an example of application is provided. It illustrates the reduction of the proportion of the coarse particles of a food during the pelleting process. The same method of separation of the particles by sifting in liquid phase was applied to a coarsely ground mixture in flour form, then to the same mixture after pelleting. The coarsest particles (>1mm) accounted for 33.7% of the dry matter in the flour mixture and only 7.6% after pelleting.

INTRODUCTION

Le rôle spécifique des particules d'origine alimentaire dans le fonctionnement digestif des lapins et plus particulièrement dans celui de la caecotrophie a été démontré pour la première fois par BJÖRNHAG en 1972. Cet auteur a en particulier démontré que lors de la fabrication des crottes dures, les particules fines tendent à être séparées de la masse du contenu digestif dans le côlon proximal et à être refoulées vers le caecum en même temps qu'une partie des liquides et des fractions solubles. Cette séparation est permise par la combinaison d'ondes de contraction sans déplacement apparent, d'ondes de contraction propulsives

péristaltiques et surtout d'ondes anti-péristaltiques (BOUYSSOU *et al.*, 1988).

Selon BJÖRNHAG (1972), les particules grossières seraient celles restant sur un tamis ayant un vide de maille de 0,3 mm et les particules fines seraient celles passant à travers des mailles de 0,1 mm. Par ailleurs, les travaux de LAPLACE et LEBAS (1977) comme ceux de GIDENNE *et al.* (1991) ont montré qu'une réduction de la taille des particules alimentaires accroît le temps de séjour de l'aliment dans le tube digestif, et plus particulièrement dans sa partie terminale (transit iléo-caecal). Il est donc utile de connaître la taille exacte des particules alimentaires pour interpréter correctement les études de transit digestif et plus

généralement la relation entre la nature de l'aliment et le fonctionnement digestif.

Avec des aliments présentés sous forme de farine, un tamisage permet d'obtenir aisément un classement des particules, mais les aliments utilisés pour les lapins se présentent le plus généralement sous la forme de granulés issus d'une filière où ils ont été agglomérés (MENDEZ *et al.*, 1998). Ces granulés ne sont pas utilisables directement pour une étude des particules. Il est donc nécessaire de les déliter avec précautions sans modifier la taille des particules, avant la séparation de ces dernières et leur classement. La méthode proposée ici décrit l'ensemble des opérations qui permettent la séparation des différentes particules d'un aliment granulé, et leur classement en fonction de la taille.

MATÉRIEL et MÉTHODE

Matériel nécessaire à la détermination

Tamisage :

Nous utilisons un tamiseur (Marque RESTCH) à mouvement tridimensionnel dont les vibrations et la durée sont réglable (de 400 à 2800 oscillations/mn pour des durées étagées de 0 à 60 mn). Les tamis sont en acier inoxydable à mailles carrées de 1,000 - 0,500 - 0,315 - 0,100 - 0,050 mm (norme AFNOR). Leur diamètre est de 200 mm et la hauteur de la bordure de 35 mm. Le tamiseur est muni d'un dispositif permettant l'aspersion d'eau en continu au-dessus du premier tamis. Pendant le tamisage, l'eau passe à travers les différents tamis puis est évacuée après récupération sous le dernier d'entre eux. Dans tout le travail présenté ici, l'eau de tamisage n'est pas récupérée, bien qu'elle entraîne les fractions solubles et les petites particules.

Traitement aux ultrasons :

Ce traitement est obtenu avec une cuve à ultrasons d'une puissance 200 W, et 40 Khz (modèle BRANSONIC B-42). Les ultrasons provoquent un phénomène de cavitation dans la cuve; les chocs de grande intensité créent rapidement des micro-bulles et leur implosion a pour effet de détacher les particules périphériques des granulés. Le volume de la cuve (50 x 13,5 cm et profondeur de 15 cm) permet d'y placer 4 béchers de 1 litre.

Pompe à vide :

Une pompe à vide (à anneau d'eau ou une trompe à eau) est utilisée pour faciliter la filtration finale lors de la récupération des particules sur les tamis.

Analyse statistique et expression des résultats

Les tailles de particules sont exprimées en pourcentage de la matière sèche de l'aliment restant sur les différents tamis ou passant à travers le dernier. Dans ce dernier cas il s'agit des particules les plus fines et solubles; leur taux est calculé par différences entre la matière sèche totale de l'aliment (24h à 103°C) et la matière sèche arrêtée par les différents tamis utilisés. Les analyses statistiques ont été faites par analyse de variance selon des schémas factoriels avec ou sans interaction selon les situations statistiques, à

l'aide du logiciel statistique SAS (1988). Les moyennes ont été comparées entre elles par un test de *Newman & Keuls*.

MISE AU POINT DE LA MÉTHODE

Hydratation de l'aliment:

Les particules formant un granulé sont agglomérées. Il est donc nécessaire de les séparer sans en modifier la taille avant de pouvoir les séparer. Un délitement dans l'eau répond à cette attente. En effet tous les procédés connus aptes à briser à sec les granulés ont tendance à réduire par eux même la taille des particules. En outre, l'hydratation correspond à la situation physiologique de l'aliment dès son arrivée dans l'estomac. Les premiers essais d'hydratation n'ont fait l'objet que d'observations visuelles suffisantes pour déterminer l'état du granulé après un temps de trempage de 1 à 4 heures. Ces durées n'ont donné aucun résultat satisfaisant, nous avons donc laissé tremper l'aliment une nuit. Les premiers tamisages ont alors réellement commencé.

Approche des quantités nécessaires au dosage.

Prise d'essai de 10g d'aliment

Dix grammes d'aliment placés dans 100 ml d'eau sont laissés pendant une après midi et une nuit sur une table soit pendant de 15 à 18 heures. Le mélange eau + aliment délité est tamisé le lendemain matin. Les quantités de particules stoppées par les tamis ont été jugées trop faibles, donc leur récupération quantitative un peu trop délicate (0,3 à 1 g sur le tamis le plus grossier) en fonction du type d'aliment.

Prise d'essai de 100g d'aliment

Le tamisage est effectué après le trempage de 100g d'aliment placés dans un litre d'eau dans les mêmes conditions que ci-dessus. Les quantités de particules présentes sur les tamis et en particulier sur le premier tamis (mailles de 1 mm) sont cette fois trop élevées et ne permettent pas un tamisage correct en raison du colmatage des tamis.

Prise d'essai de 30 et 40g d'aliment

Avec ces 2 quantités d'aliment et un trempage identique de 16 heures, le tamisage en milieu liquide se déroule sans difficulté et les particules retenues sur chacun des tamis sont suffisantes pour permettre une récupération quantitative acceptable. Toutes les déterminations ultérieures ont donc été faites avec des prises d'essai de 30 à 40 grammes, sauf indication contraire. En effet des déterminations effectuées avec les échantillons de 30 ou de 45 grammes de 3 aliments différents ont donné des profils granulométrique similaires ($P > 0,10$) après 12 déterminations effectuées pour chacun des types de prise d'essai (3 aliments x 2 poids).

Méthode de délitement :

Le trempage pendant une après-midi + nuit est satisfaisant pour déliter complètement les granulés, mais nécessite l'emploi de beaucoup de verrerie et diminue le nombre de dosages réalisables dans une journée. Nous avons

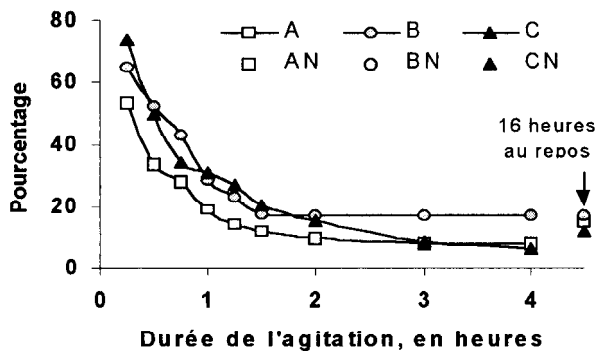


Figure 1 : Pourcentage des particules de 3 aliments expérimentaux restant sur un tamis à mailles de 1 mm en fonction du temps d'agitation dans l'eau (aliments A, B et C) ou après un simple trempage de 16 heures au repos (notés AN, BN et CN) . Trois déterminations par aliment et par point.

donc cherché une méthode réduisant le temps nécessaire au délitement.

Agitation magnétique.

L'agitation est obtenue à l'aide d'un barreau aimanté immergé dans un béccher contenant l'aliment et l'eau (environ 30g dans 600 ml) le tout étant placé sur un agitateur magnétique. Nous avons testé sur trois aliments l'effet de l'agitation magnétique pendant différentes durées (15 - 30 - 45 minutes et 1,25 - 1,50 - 2 - 3 - 4 heures) en comparaison avec un simple trempage de 16 heures. Nous avons constaté pour les trois aliments, une diminution du pourcentage de grosses particules recueillies sur le premier tamis (mailles de 1 mm) en fonction du temps (figure 1).

Après 3 à 4 heures d'agitation, nous n'observons plus d'amalgames de petites particules. Par contre, la comparaison des résultats obtenus après 4 heures d'agitation ou une nuit de trempage, nous a permis de remarquer que pour deux des aliments employés (aliments A et C, figure 1), nous avons récupéré moins de particules sur le premier tamis (diamètre 1 mm) après 4 heures d'agitation qu'après un trempage de 16 heures ($P < 0,01$). Nous avons donc supposé que l'agitation avec un barreau magnétique entraînait un "broyage" non négligeable, du moins pour les particules les plus grossières.

Nous avons donc comparé avec les mêmes aliments les pourcentages de particules recueillis après un simple trempage de 16h et le même trempage plus un quart d'heure d'agitation. Nous avons obtenu pour au moins un aliment (aliment A), une nette diminution des quantités récupérées après agitation (14,8 % sans agitation et 9,5 % avec agitation; $P < 0,001$). Ainsi, l'agitation de l'aliment spontanément délit, même durant un quart d'heure entraîne bien un "broyage" des particules grossières. Nous avons donc abandonné cette technique l'agitation mécanique.

Utilisation des ultrasons.

Pour toute cette partie de l'étude sauf indication particulière, nous avons placé dans un béccher d'un litre, 30g d'aliment dans 600 ml d'eau. De un à quatre bécchers sont

placés dans la cuve à ultrasons et le niveau d'eau de la cuve est ajusté de telle manière que les niveaux intérieurs et extérieurs des bécchers soient identiques. Cette mise à niveau est préconisée par le fabricant pour obtenir un rendement optimum de l'appareil.

De même que pour les essais d'hydratation du granulé, les premiers essais de traitement aux ultrasons n'ont pas donné lieu à des dosages mais simplement à des observations après différents temps de traitement suivis de 2 ou 3 minutes de tamisage.

1) Effet des ultrasons sur un aliment "prébroyé"

Nous avons manuellement écrasé "à sec" les granulés dans un mortier avec le plus de délicatesse possible, jusqu'au passage complet des 30g au travers des mailles d'un tamis (diamètre des orifices de 2 mm). La poudre obtenue a été placée 10 minutes dans 600 ml d'eau, puis l'ensemble a été tamisé pendant 5 minutes. Après tamisage, il s'est avéré qu'il restait de nombreuses agglomérations de fibres ou de particules sur le premier tamis (orifices de 1 mm).

Dans une deuxième phase, nous avons donc broyé l'aliment délicatement dans un mortier comme précédemment, mais nous avons ensuite traité 10 mn aux ultrasons la poudre placée dans 600 ml d'eau. Nous avons enfin procédé au tamisage. Il ne restait plus aucune agglomération apparente de fibres ou de particules. Ainsi, le passage aux ultrasons améliore considérablement le délitement. Par contre, cette méthode reste lourde et longue, et surtout le risque de réduction mécanique de la taille des particules reste important. L'idée d'un prébroyage a donc été abandonnée.

2) Effet du traitement direct aux ultrasons

Les observations de mise au point présentées ci-dessous ont été réalisées sur un seul aliment.

- traitement immédiat de 10 mn aux ultrasons => amorce de délitement
- 10 mn de trempage + 10 mn de traitement aux ultrasons => légère amélioration du délitement
- 10 mn avec ultrasons + 10 mn de repos => nette amélioration, mais il reste encore quelques petites particules agglomérées
- 10 mn avec ultrasons + 10 mn de repos + 10 mn avec ultrasons + 10 mn de repos => délitement jugé satisfaisant.

A ce stade, il nous est apparu évident qu'un double traitement aux ultrasons améliore considérablement la séparation des particules et qu'un temps de repos après chaque traitement est favorable. Nous avons alors essayé de réduire le temps total de préparation en conservant un repos final de 10 minutes minimum.

- 10 mn ultrasons + 5 mn de repos + 5 mn ultrasons + 10 mn de repos => délitement jugé satisfaisant
- 10 mn ultrasons + 5 mn de repos + 2 mn ultrasons + 10 mn de repos => délitement jugé satisfaisant

En réduisant encore la durée du traitement d'attaque aux ultrasons, nous n'avons plus obtenu un délitement acceptable. Nous avons donc retenu provisoirement un traitement double aux ultrasons de 10 + 2 minutes avec un

Tableau 1 : Écart-type moyen du pourcentage de particules observé pour les 5 tailles de particules, en fonction du poids de l'échantillon ayant servi à la prise d'essai.

mailles du tamis	% moyen de particules	Poids de la prise d'essai				CVr%	Probabilité Statistique
		5g	10 g	15g	30g		
1 mm	5,5	0,78	0,65	0,63	0,45	21,0%	0,114
0,500 mm	14,9	1,28	1,04	0,91	0,59	29,3%	0,107
0,315 mm	13,0	1,16	0,85	0,69	0,40	37,7%	0,088
0,100 mm	17,4	1,21a	1,51ab	0,79ab	0,52b	32,2%	0,037
< 0,1 mm & soluble	49,2	2,45a	1,49b	1,09b	0,73b	24,0%	0,004
Moyenne générale	-	1,37a	1,11b	0,82c	0,54d	35,1%	0,018

CVr% = Coefficient de variation résiduel de l'écart type de la taille des particules, après analyse de variance factorielle 4 x 3 pour les différents tamis, ou 5 x 4 x 3 pour la moyenne générale.

a, b, ... sur un même ligne, les valeurs affectées d'une lettre identique ne diffèrent pas entre elles au seuil P=0,05.

repos intermédiaire de 5 minutes, et suivi de 10 minutes minimum de repos avant tamisage.

Précision de la méthode.

1) Incidence de la taille de la prise d'essai

La taille des particules a été déterminée avec des prises d'essai d'un poids de 5, 10, 15 et 30 grammes de trois aliments différents, selon un schéma factoriel 4 x 3. Pour chacune des déterminations, les particules ont été classées en 5 catégories correspondant aux fractions restant sur les tamis à maille de 1mm - 0,500 mm - 0,315mm et 0,100 mm, la 5ème catégorie correspondant aux particules passant à travers de tamis le plus fin et à la fraction soluble de l'aliment. La précision de la méthode a été estimée à travers l'écart-type du pourcentage de particules mesuré pour chaque catégorie de particules lors des 8 à 12 déterminations effectuées pour chacune des 12 combinaisons de schéma factoriel 4 x 3 (tableau 1).

Lorsque le poids de l'échantillon s'accroît de 5 à 30 g, l'écart type est systématiquement réduit (tableau 1) tandis que les taux moyens de particules sur chaque tamis ne diffère pas entre les prises d'essai de 15 à 30 g (chiffres non fournis). La réduction de l'écart-type est significative pour les particules les plus fines, et pour les différents tamis pris dans leur ensemble (tableau 1). Une prise d'essai de 30 grammes conduit donc à la meilleure précision. En outre on peut remarquer que cette précision est du même ordre de grandeur pour les 5 catégories des particules déterminées avec une prise d'essai de 30 g, alors que l'écart type varie de 1 à 3 en fonction de la classe considérée lorsque la prise d'essai n'est que de 5 g.

Nous avons ainsi confirmé avec les échantillons ayant subi un traitement aux ultrasons, l'intérêt d'une prise d'essai de 30 g, comme nous l'avons évoqué plus haut pour les tamisages effectués après délitement spontané de 16 heures. Une analyse complémentaire nous aussi confirmé que les proportions de particules retrouvées sur les différents tamis sont similaires pour un délitement "spontané" de 16 heures et pour un délitement "accélééré" par un traitement aux ultrasons.

2) Essais avec des aliments courants commerciaux

Les mesures ont été faites sur 78 aliments collectés dans des élevages lors d'une campagne de contrôle de qualité. Dès les premiers essais de délitement, nous avons remarqué que ces aliments étaient en général plus durs et moins friables que ceux utilisés auparavant. Nous avons ajusté les temps de passage aux ultrasons en fonction de ce nouveau critère, de la manière suivante

- 30g d'aliment traités 10 mn dans la cuve ultrasons
- puis 10 mn de repos
- puis 10 mn de traitement aux ultrasons
- et enfin 10 mn de repos

Sur les 78 aliments un seul a du, après ce traitement, reposer 2 heures afin d'obtenir un délitement permettant le tamisage ne laissant apparaître aucune agglomération de particules.

Nous avons utilisé les quatre tamis classiques (vide de maille de 1,000 - 0,5000 - 0,315 - 0,100 mm) et considéré un dosage correct si, sur tous les tamis, nous obtenions un coefficient de variation inférieur à 5%. Pour ce faire au moins quatre prises d'essais ont été nécessaires par aliment. Les 78 aliments sont restés en deçà de cette limite. A titre d'information, la répartition des 78 aliments d'après le pourcentage de particules restant sur le tamis à maille de 1 mm est fournie sur la figure 2. Les particules grossières représentaient de 2 à 12% de la matière sèche de ces aliments commerciaux.

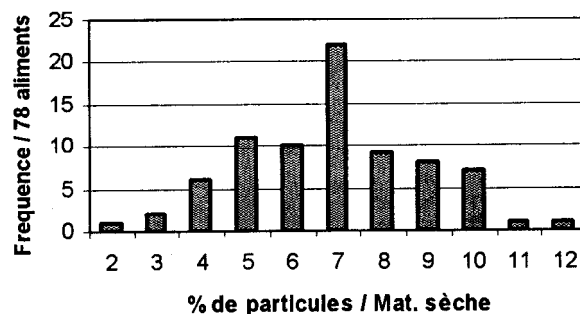


Figure 2 : Répartition de 78 aliments commerciaux en fonction de la proportion de particules grossières (restant sur le tamis à maille de 1 mm)

Le tamisage

Pour le tamisage proprement dit, nous avons appliqué la méthode suivante

Après la mise en suspension des particules à l'aide d'une spatule, le contenu du bécher (600 ml d'eau + 30 g d'aliment délité) est versé sur le premier tamis, le bécher est rincé; le couvercle du tamiseur est alors fermé puis la vibration mise en route et enfin la "douche" est mise en œuvre. Le tamisage s'effectue sous courant d'eau et à vibrations maximum pendant 5 à 6 minutes. La durée minimum est dépendante de la masse utilisée lors de la prise d'essai, les temps donnés ici correspondent à une prise d'essai d'environ 30g.

Lors des premières tentatives, nous utilisons 5 tamis ayant des vides de maille de 1,000 - 0,500 - 0,315 - 0,100 - 0,050 mm. Nous avons constaté un colmatage des tamis après quelques minutes de tamisage; nous pensions que l'utilisation du tamis le plus fin était à l'origine de ce problème. Or la suppression de ce tamis n'a pas pour autant supprimé le colmatage. Nous avons alors stoppé le passage de l'eau après 5 à 6 minutes de vibrations sans arrêter celle-ci, ce qui permet de vidanger l'ensemble des tamis et éventuellement de les dé-colmater.

Nous avons tout de même éliminé (pour le dosage des aliments) le tamis à maille de 0,050 mm. Les quantités de matières stoppées par ce tamis sont en effet très faible et leur récupération difficile.

Pour des raisons de commodité, nous avons standardisé le temps de tamisage à 8 minutes sous passage d'eau + 2 minutes avec les vibrations seules, soit au total 10 minutes.

Récupération des particules

Utilisation des tamis.

Il est possible d'identifier et de tarer les tamis avant le tamisage, puis de les sécher avec leur "contenu" après tamisage, et ainsi d'obtenir la quantité de particules présentes sur chaque tamis. Nous utilisons des tamis de 200mm de diamètre et 35 mm de hauteur, ce qui de toute évidence pose des problèmes d'encombrement au niveau du séchage (volume occupé dans les étuves). Nous avons donc dû imaginer une autre solution.

Utilisation de filtres.

Nous utilisons des filtres à café en papier N°4, suffisamment robuste pour accepter le passage de grandes quantités d'eau sans se percer. Ils sont préalablement séchés à l'étuve, numérotés et pesés (tare) avant chaque série de dosages.

Après le tamisage de l'aliment, nous récupérons le plus possible de particules se trouvant sur le tamis x dans une coupelle ou un cristalliseur à l'aide d'une spatule. Au-dessus d'un seau de 10 litres, nous passons un jet d'eau sur le tamis pour entraîner les particules restantes, puis après l'avoir retourné nous aspergeons l'envers afin de débloquer les particules coincées dans les mailles. Toutes ces opérations d'entraînement doivent se faire avec un volume d'eau aussi faible que possible (2 à 3 litres en général), parce qu'ensuite le contenu du seau est passé sur le filtre à café, ainsi que le contenu de la coupelle ou du cristalliseur.

Pour cette filtration, un peu de coton hydrophile, ou mieux de laine de verre fine, est placé au fond d'un entonnoir, le filtre "à café" est placé au-dessus, et l'ensemble est installé sur une fiole à filtrer sous vide soumise à un vide léger. Le coton placé au fond de l'entonnoir a pour but de faciliter la filtration sans perforation du filtre, et l'application du vide permet d'accélérer le processus de filtration.

Après la filtration, les filtres sont déposés ouverts sur un plateau en émail et mis à l'étuve 24 heures à 103°C. Nous avons tenté de ne sécher les filtres que pendant une nuit soit environ 16 heures, mais pour certains aliments fournissant de grandes quantités de produits sur les tamis 1,000 et 0,500 mm, le séchage n'est pas complet après 16 heures. Nous avons donc jugé préférable de faire un séchage pendant 24 heures, qui assure un séchage complet. Nous effectuons de même une détermination de la teneur en matière sèche de l'aliment brut (en granulé). Le pourcentage de particules est exprimé par rapport à cette matière sèche.

LA METHODE STANDARDISÉE PROPOSÉE

La détermination de la taille des particules contenues dans d'un aliment granulé pour Lapin se déroule comme suit :

a) Prétraitement

- Immerger 30g d'aliment dans 600 ml d'eau, puis les traiter dans une cuve à ultrasons pendant 10 minutes.
- Laisser reposer 10 minutes
- Puis passer à nouveau 10 minutes aux ultrasons
- Attendre 10 mn avant de tamiser

b) Tamisage en phase liquide

- Placer les tamis sur le tamiseur, la partie inférieure étant assurée par le dispositif de récupération de l'eau.
- Régler le rythme des vibrations à 2800 oscillations par minute
- Verser le contenu du bécher sur le 1^{er} tamis,
- Tamiser pendant 10 minutes à raison de 8 minutes sous courant d'eau et 2 minutes avec simplement les vibrations

c) Récupération des "gâteaux" de particules sur un tamis

- Retirer à la spatule le maximum des matières se trouvant sur le tamis, les mettre dans un récipient R.
- Rincer le tamis à l'eau au-dessus d'un seau.
- Verser l'eau de rinçage contenue dans le seau avec les particules récupérées, au travers d'un entonnoir muni d'un filtre taré et identifié.
- Faire de même pour le contenu du récipient R en entraînant le contenu avec de l'eau.
- Faire sécher le filtre pendant 24 heures à 103°C, peser

d) Calcul des pourcentages de particules

- Calculer les pourcentages de particules retenues par chaque tamis en proportion du poids de matière sèche introduit dans le bécher en début d'opération.

- La partie "fines & solubles" est calculée par différence entre la matière sèche introduite et de la somme des particules récoltées sur les différents tamis.

Si l'on pose :

- A = poids brut de l'échantillon initial en g (environ 30 g)
- B = teneur en matière sèche de cet échantillon (g / 100 g)
- C_i = quantité de matière sèche récoltée sur le tamis i (g)
- P_i = proportion de particules retenues par le tamis i (g / 100g)

La proportion de particules « P_i » se calcule comme suit :

$$P_i = [C_i / (A \times (B \times 100))] \times 100$$

En ce qui concerne la proportion de particules les plus fines + fractions solubles « P_s », la proportion se calcule comme suit :

$$P_s = 100 - \sum P_i$$

Avec une seule cuve à ultrason permettant de placer 4 échantillons, et un tamiseur, nous avons régulièrement déterminé la taille des particules de 4 aliments par journée de travail (4 répétitions par aliments), soit 16 à 20 échantillons d'aliment analysés par semaine pour une personne.

EXEMPLE D'APPLICATION DE LA MÉTHODE

Nous avons étudié la taille des particules contenues dans 2 aliments fabriqués à partir d'une même formule

Tableau 3 : Détermination par tamisage à sec, de la répartition des particules contenues dans un mélange farineux dont les ingrédients ont été broyés plus ou moins finement (moyenne et coefficient de variation CV%)

Ouverture de maille des tamis en mm	Broyage fin (grille de 1 mm)		Broyage grossier (grille > 5 mm)	
	moyenne	CV%	Moyenne	CV%
1,000	0,5	27,2	31,9	8,5
0,500	18,6	4,8	25,8	1,9
0,315	29,1	4,9	12,9	16,5
0,100	37,7	3,1	18,2	12,7
fond	16,1	17,6	11,1	32,1

Tableau 4 : Détermination par tamisage en phase liquide, de la répartition des particules contenues dans un mélange farineux et les granulés correspondant, dont les ingrédients ont été broyés plus ou moins finement (moyenne et coefficient de variation - CV%)

Ouverture de maille des tamis en mm	Broyage fin (grille de 1 mm)				Broyage grossier (grille > 5 mm)			
	Farine		Granulé		Farine		Granulé	
	moyenne	CV%	moyenne	CV%	moyenne	CV%	Moyenne	CV%
1,0	0,8	9,9	0,4	7,4	33,7	3,8	7,6	5,2
0,5	17,3	5,6	8,5	3,1	10,5	6,6	14,8	4,8
0,315	17,4	4,5	14,4	3,6	6,8	1,9	10,1	1,2
0,1	16,3	3,0	20,3	1,3	9,1	1,6	13,4	3,7
<0,1 & soluble	48,2	0,7	56,4	1,4	39,8	1,9	54,2	0,7

Tableau 2 : Formule de l'aliment expérimental broyé plus ou moins finement

Matières premières	%
- Paille d'avoine	25,0
- Luzerne déshydratée	25,0
- Blé	31,0
- Tourteau de soja	16,0
- dl méthionine	0,1
- Phosphate bicalcique	1,4
- Chlorure de sodium	0,5
- Oligo-éléments & Vitamines	1,0

(tableau 2) , mais broyés plus ou moins finement. En outre, les déterminations ont été effectuées d'une part "à sec" sur les mélanges farineux avant agglomération et d'autre part "en phase liquide" sur les mélanges farineux et sur les aliments après granulation.

Broyage fin : Toutes les matières premières ont été broyées dans un broyeur à marteaux industriel avec une grille de 1 mm de perforation, puis le mélange a été aggloméré par passage en presse à granuler sans adjonction d'eau ni de vapeur (filière de 3,5 mm).

Broyage grossier : Les bouchons de luzerne, le blé et le tourteau de soja ont été broyés dans le même broyeur à marteau industriel mais avec une grille à perforation de 5 mm. La paille en quantité excessive a été broyée avec le même broyeur et une grille de 8 mm de perforation. La paille ainsi broyée a été tamisée pour ne retenir que les fragments restant sur un tamis à mailles de 2 mm. Ces fragments ont été mélangés au taux de 25 %, avec les autres matières premières. L'ensemble a été ensuite aggloméré avec la même presse que la formule broyée finement.

Conformément à la méthode proposée, la répartition de la taille des particules dans les 2 aliments a été calculée en 5 classes en fonction du pourcentage de la matière sèche totale restant sur chacun des 4 tamis considérés. Pour chaque situation, 10 déterminations ont été réalisées avec 30g de produit (farine ou granulé).

Les profils granulométriques obtenus à sec (tableau 3) et par voie humide (tableau 4) sur les farines sont très différents, ce qui était attendu compte tenu de la différence de technique (gonflement de certaines particules, solubilisation d'une partie de l'aliment, ...). Par contre, la comparaison des profils granulométriques déterminés en phase liquide permet de souligner que la presse à granuler joue un rôle de broyeur très conséquent, principalement pour les particules les plus grosses. Ceci est particulièrement net

pour l'aliment broyé grossièrement dont la farine contenait 33,7% de grosses particules, alors qu'après granulation il n'y en plus que 7,6% (tableau 4). Ainsi, connaître la répartition des tailles de particules dans un mélange farineux, surtout après détermination par voie sèche, conduit à une connaissance très imparfaite des particules effectivement contenues dans les granulés consommés par les lapins.

DISCUSSION GÉNÉRALE ET CONCLUSION

La méthode proposée offre l'avantage de la simplicité et nécessite un équipement de laboratoire modeste. Par contre, elle ne permet pas de classer les tailles de particules inférieures à 0,100 mm, voire 0,050 mm si l'on utilise le tamis normalisé le plus fin. Cet inconvénient reste mineur quand il s'agit de mesurer la taille des particules contenues dans un aliment granulé destiné à des lapins, puisque, comme nous l'avons vu en introduction, les particules inférieures à 0,100 mm sont globalement considérées comme fines pour le fonctionnement digestif du Lapin (BJÖRNHAG, 1972).

Des méthodes plus sophistiquées que le tamisage sont applicables pour classer les particules, une fois réalisé le délitement. Celles-ci sont généralement mieux adaptées à la forme physiques des particules et à l'étude de leur répartition. Il est possible d'employer par exemple un dispositif optique et électronique pour la mesure automatique de la longueur des fibres comme cela a été proposé dans l'industrie papetière pour les particules longilignes (JANIN, 1983) ou d'employer un compteur volumétrique à variation de résistance [compteur "Coulteur"] pour les particules de forme plus ramassée (COLAS *et al.*, 1981), ou encore un compteur à diffraction laser (DE MONREDON *et al.*, 1997). Utilisées dans l'industrie papetière, pour l'étude des poudres en général ou plus spécifiquement dans l'industrie de l'alimentation du bétail, ces techniques nécessitent un investissement plus important qui n'est pas nécessairement justifié dans le cas d'un aliment pour lapins. Il n'est en effet peut être par indispensable de chercher à déterminer la granulométrie interne des granulés consommés par les lapins avec une précision extrême, dans la mesure où les particules alimentaires subissent une dégradation plus ou moins importante dans l'intestin grêle et le cæcum avant de jouer leur rôle majeur dans le côlon. Par exemple, les particules amylacées (céréales...) seront presque totalement détruites avant leur arrivée dans le tube digestif terminal (BLAS et GIDENNE, 1998). Par contre, les particules fibreuses seront peu dégradées avant le caecum et auront un rôle prépondérant dans la régulation du fonctionnement digestif (GIDENNE *et al.*, 1998).

La méthode proposée permettant de récupérer les particules, il pourrait être envisagé de la compléter par une analyse des quantités de fibres présentes dans les différentes fractions physiques isolées. Il est plausible que cela donnerait une image prédictive plus pertinente du rôle des particules d'origine alimentaire sur le fonctionnement digestif. En effet, si dans un certain nombre de cas expérimentaux, la modification mécanique de la taille des particules par broyage, permet effectivement de modifier le

fonctionnement digestif (CANDAU *et al.*, 1986; GIDENNE *et al.*, 1991), dans d'autres cas il n'a pas été observé d'effet sur la digestibilité de la ration, ni sur sa valorisation par les lapins en croissance (LEBAS *et al.*, 1986).

Reçu : 29 mai 1999

Accepté : 17 décembre 1999

Remerciements : Ce travail a bénéficié d'un soutien financier dans le cadre de la convention INRA-DIAA-IRTAC "Fibres" N°R86/02.

RÉFÉRENCES

- BJÖRNHAG G., 1972. Separation and delay of contents in the rabbit colon. *Swedish. J. agric. Res.*, **2**, 125-136
- BLAS E., GIDENNE T., 1998. Digestion of starch and sugars. in : C. de Blas and J Wiseman (ed.) *The nutrition of the rabbit, CAB international, Wallingford UK*, p18-38.
- BOUYSSOU T., CANDAU M., RUCKEBUSCH Y. 1988. Réponses motrices du côlon aux constituants pariétaux et à la finesse de mouture des aliments chez le lapin. *Reprod. Nutr. Dev.*, **28**, 181-182
- CANDAU M., AUVERGNE A., COMES F., BOUILLIER OUDOT M., 1986. Influence de la forme de présentation et de la finesse de mouture de l'aliment sur les performances zootechniques et la fonction cæcale chez le lapin en croissance. *Ann. Zootech.*, **35**, 373-386
- COLAS A., MELCION J.P., DE MONREDON F., PETEL D., 1981. Techniques d'analyse granulométriques. In : G. Linden (éd), *Techniques d'analyse et de contrôle dans les industries agroalimentaires, Volume 2 Principes des techniques d'analyse. Tec et Doc, Paris*, p 185-203
- DE MONREDON F., LEMEIGNEN F., GUILLON F., 1997. Particle size measurement of dietary fibres by sieving under a current of water. *Sci Aliments*, **17**, 253-269.
- GIDENNE T., CARABAÑO R., GARCIA J., DE BLAS C., 1998. Fibre digestion. In : C. de Blas and J Wiseman (ed.) *The nutrition of the rabbit, CAB international, Wallingford UK*, p69-88.
- GIDENNE T., CARRE B., SEGURA M., LAPANOUSE A., GOMEZ J. 1991. Fibre digestion and rate of passage in the rabbit : effect of particle size and level of lucerne meal. *Anim. Feed Sci. Technol.*, **32**, 215-221
- JANIN G., 1983. Microtests papetiers - microcuisson, microclassage, microraffinage - mesure automatique de la longueur des fibres. *Thèse doctorat ès-Sciences. Institut Polytechnique de Grenoble*, 235 p.
- LAPLACE J.P., LEBAS F., 1977. Le transit digestif chez le lapin. VII. Influence de la finesse du broyage des constituants d'un aliment granulé. *Ann. Zootech.*, **26**, 413-420
- LEBAS F., MAITRE I., SEROUX M., FRANCK T., 1986. Influence du broyage des matières premières avant l'agglomération de deux aliments pour lapins, différents par leur taux de constituants membranaires : digestibilité et performance de croissance. *4èmes Journées de la Recherche Cunicole en France, Tome 1, Comm. N°9, 13pp.*
- MENDEZ J., RIAL E., SANTOMA G., 1998. Feed manufacturing. In : C. de Blas and J Wiseman (ed.) *The nutrition of the rabbit, CAB international, Wallingford UK*, p215-239.
- SAS, 1988. SAS/STAT® User's Guide (Release 6.03). *SAS Inst. Inc., Cary NC, USA.*

WORLD RABBIT SCIENCE

Journal of the World Rabbit Science Association

INSTRUCTIONS TO AUTHORS

The mission of the **World Rabbit Science Association** (WRSA) is to encourage communication and collaboration among individuals and organisations associated with rabbit production and rabbit biology in general. The journal *World Rabbit Science (WRS)* which is published quarterly under control of the WRSA, accepts manuscripts presenting information for publication with this mission in mind.

Authors may publish in *WRS* regardless of the membership in the World Rabbit Science Association, even if joining the WRSA is encouraged. As English is the official language of the WRSA, papers submitted to *WRS* have to be written in English; but according to the local rules in the country of publication (France), papers written in French are also accepted. Views expressed in papers published in *WRS* represent the opinion of the author(s) and do not necessarily reflect the "official" policy of the Association or Editor-in-Chief.

TYPE OF ARTICLES

Research articles : Results of work contained in manuscripts submitted to *WRS* must not have been published previously in an international refereed scientific journal. Previous presentation at a scientific meeting or the use of data in field day reports or similar documents, including local technical press, does not preclude the publication of such data in *WRS*. In general, such papers should not exceed 40 000 words (about 8 *WRS* printed pages) including tables and illustrations. Data must have been statistically analysed using approved statistical methods. Treatment means must be accompanied by standard error of the means (sem) or some other measures of variability, for each mean (observed standard error) or for groups of means (residual standard error), according to the variance homogeneity hypothesis and variance analysis. Standard deviation (se or σ) must be employed only when the authors would emphasise the intra-population variability.

1 - **Numerical homogeneity** : Mean and standard error (or standard deviation) must be expressed with the same degree of accuracy. Some examples are listed below:

2452 \pm 43 ; 0.732 \pm 0.021 ; 7324.7 \pm 2.3 ; 9750 \pm 240 ;
9.75 \pm 0.24

Note also that at the end of a number, a zero may be a digit with the same interest than the others : 7.5 is greater than 7.4 and smaller than 7.6 **but** 7.50 is greater than 7.49 and smaller than 7.51, the biological information is not the same !

2 - **Significant figures** : In a normal situation, the standard error is expressed by two significant figures (digits), e.g. 35 or 0.35 or 0.0035. This rule enables you to fix the number of digits after (or before) the mean's decimal point you must utilise in the expression of your data. Examples for a rabbit live weight : mean \pm standard error = 1756 \pm 25g or 1.756 \pm 0.025 kg.

Short papers : Short articles including new results are accepted. Length is limited to 2 pages of the journal. Introduction and discussion should be reduced to aim of the experiment and limited to the immediate remarks. The refereeing procedure would be simplified to allow a quick publication.

Review articles: Publication of reviews in *WRS* is encouraged. The length is not limited but must be in relation with the importance of the subject. So, readers can differentiate between review papers and original research papers, reviews should include the term "Review" in the title.

Technical notes: A technical note is a vehicle to report a new method, technique or procedure of interest to *WRS* readers. When possible, a technical note should include a comparison of results from the new method with those from previous methods, using

appropriate statistical methods. The final length should not exceed five *WRS* pages. Both advantages and disadvantages of the new technique should be discussed. The words "Technical Note" should be the first or the last words of the title of such manuscripts.

Letters to the Editor: Letters judged suitable for publication by the Editor-in-Chief, will be printed in a special section of the journal. The purpose is to encourage scientific debate and discussion among those interested in rabbit production and/or biology. These letters may refer to published articles and must provide supporting evidence based on published data for the points made, or must develop logical scientific hypotheses. Letters based on conjecture or on unsubstantiated claims will not be published. No new data may be presented in a letter. When appropriate, the authors of original papers will be invited to write a letter of response, and normally both letters will be published together.

MANUSCRIPTS : Address 3 copies of the manuscripts to:

François LEBAS , WRS Editor-in-Chief,
INRA, Rabbit Research Laboratory, BP 27,
31326 CASTANET-TOLOSAN CÉDEX, France
Fax international :+33 (0) 5 61 28 53 19
Email: lebas@toulouse.inra.fr

Papers must be written either in English or in French, following current usage. Spelling should follow that of the *Oxford Dictionary* (or the French *Larousse* dictionary). Manuscripts should be type-written on one side of the sheet of paper only, with wide margins and be double spaced. Lines should be numbered to help the refereeing procedure. Words to be printed in *italics* should be in italics on the manuscript or underlined. Do not underline any other words and avoid excessive usage of italics to emphasise part of the text. The use of authors-defined abbreviations and acronyms is discouraged. A list of acceptable abbreviations is published for example (e.g.) in each January issue of the *Journal of Animal Science*. If author-defined abbreviations are a real necessity, each abbreviation must be defined the first time it is used in the abstract and again in the body of the manuscript. The International System of Units should be used. Temperatures should be given in degrees Celsius (e.g. 39°C).

- **The first page** should bear the title of the paper, the names of the authors (only initials will be used for men's forenames but full forenames for the women, without indication of titles such as Dr, Pr or PhD), and the complete postal address of the authors with indication of the Institution where the work was done. A short title, to serve as a running head and consisting of not more than 50 letters and spaces (to be printed as block letters) must also be given on the first page after the mention "Running Head :".

Articles should be presented in the following form:

- **Abstract** : the abstract should be informative, not just indicative, complete in itself with the main numeric results and understandable without reference to the paper. Avoid paragraphs, footnotes, references and undefined abbreviations. The main results must be expressed with a numerical indication in the abstract, as often as relevant. The best solution is to mention the absolute values for each treatment, or if the list is too long, to mention the minimum and the maximum observed. Another possible way is to mention the absolute value observed for the control and to indicate the relative variations observed for the experimental groups. A normal length for an abstract is 2.5% to 3% of the text. If not present in the manuscript, the French translation of the abstract will be added by the editor.