

Réunion du Club 02

Paris, 9 juin 2004

Enguerrand Bernoussi

FOSS ... (basé à Nanterre, 92)

Chef Produit NIR ... (INDU)

La société FOSS A/S

- ◆ **Crée en 1956, réalise 180 Million € CA et emploie 1100 salariés**
- ◆ **Production dans 3 pays (Danemark, Suède et USA)**
- ◆ **21 filiales de distribution et plus de 80 distributeurs dans le monde**
- ◆ **3 secteurs d'activités :**
 - FOOD
 - AGRI
 - INDU



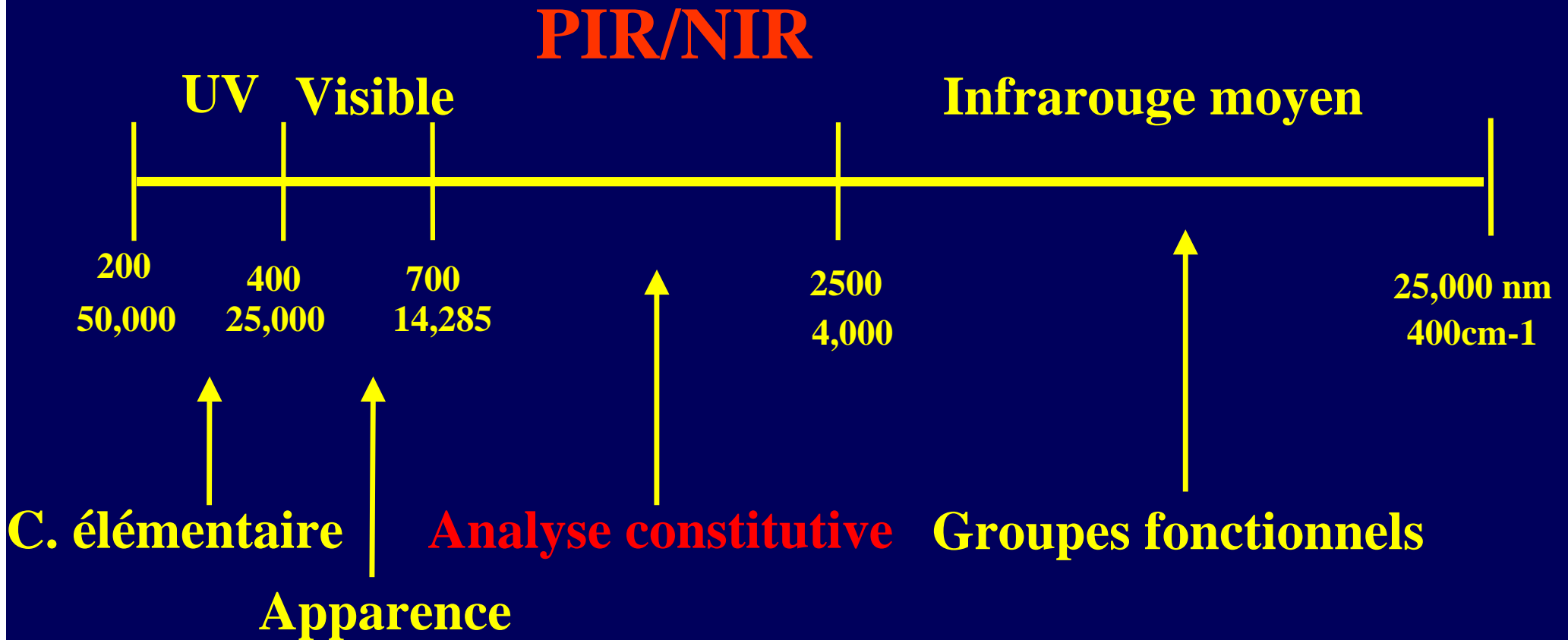
Application Procédés

Paris, 9 juin 2004

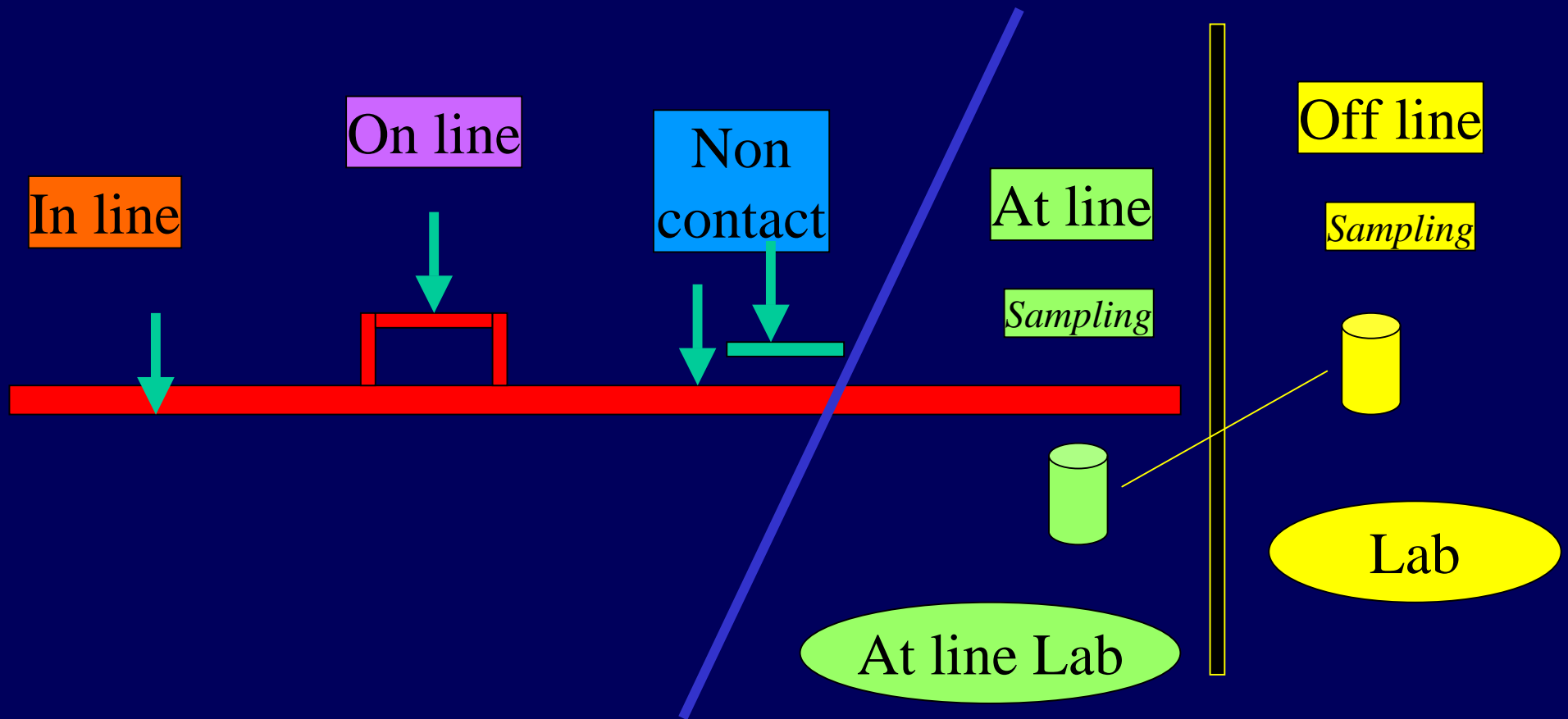
Suivi « in-line » d'un procédé de granulation par spectroscopie proche infrarouge.

Spectroscopie PIR

Région spectrale



Le NIR au contact du process



La Granulation

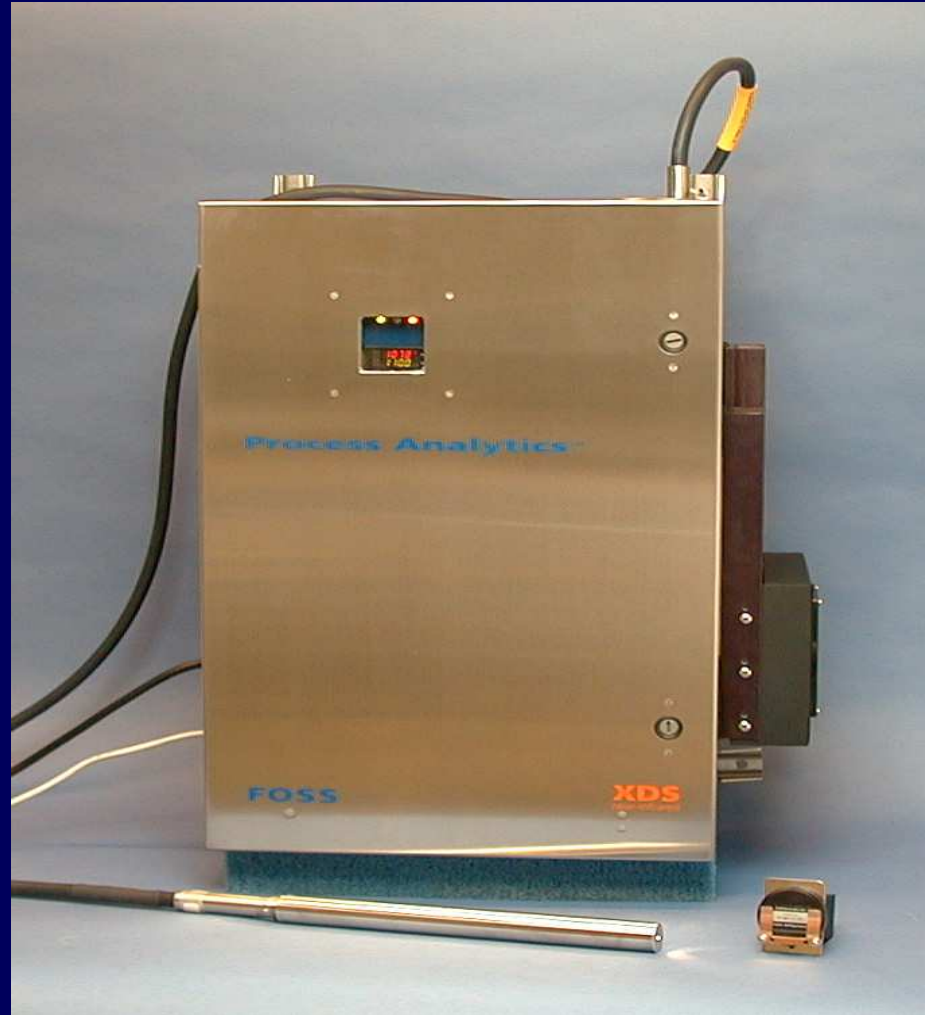
- ◆ **Le procédé de granulation est une étape critique dans la fabrication des comprimés**
- ◆ **Son optimisation permet :**
 - Une amélioration des propriétés d'écoulement et de compression
 - Une amélioration de l'uniformité des comprimés
 - Une diminution de la quantité de « fines » produites
- ◆ **Amélioration du rendement, réduction du nombre de mauvais comprimés, amélioration de la productivité**

Étude sur un Granulateur Bohle

- ◆ Étude réalisée sur un granulateur labo (10 à 30 kg)
- ◆ Premier essai avec une sonde en réflectance standard : meilleur positionnement quand la sonde est à 45° du flux de matière
- ◆ Deuxième essai en utilisant une sonde spécifique (orientation à 45° de la surface d'illumination afin d'améliorer l'interfaçage avec la matière)

XDS Process Analytics™

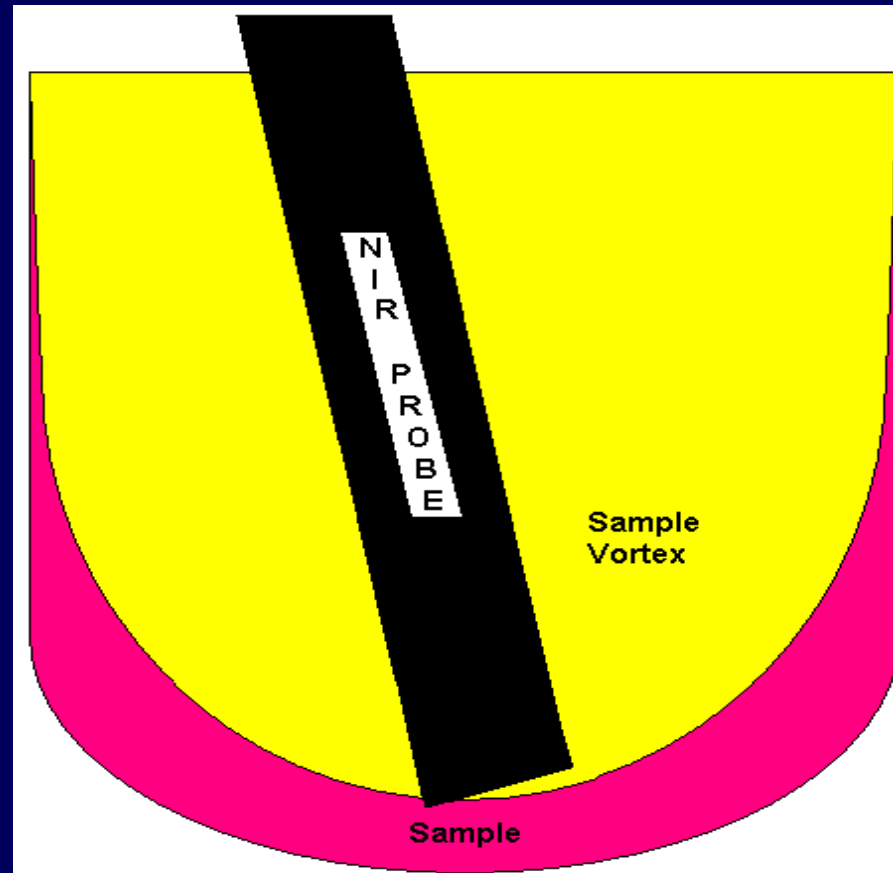
Microbundle Multiplexer XP2000 Configuration Standard



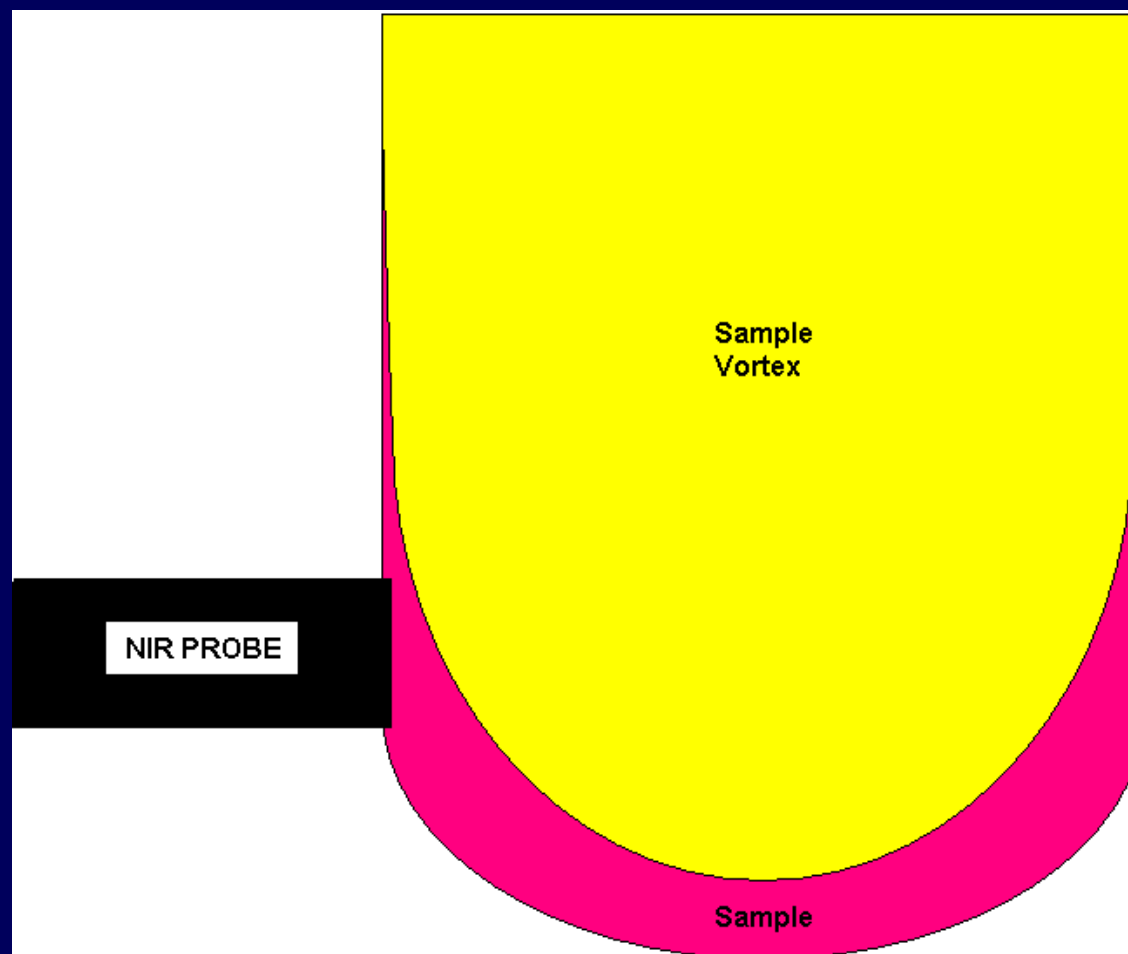
Dedicated Analytical Solutions

FOSS

Sonde utilisée lors des essais



Interfaçage recomendado



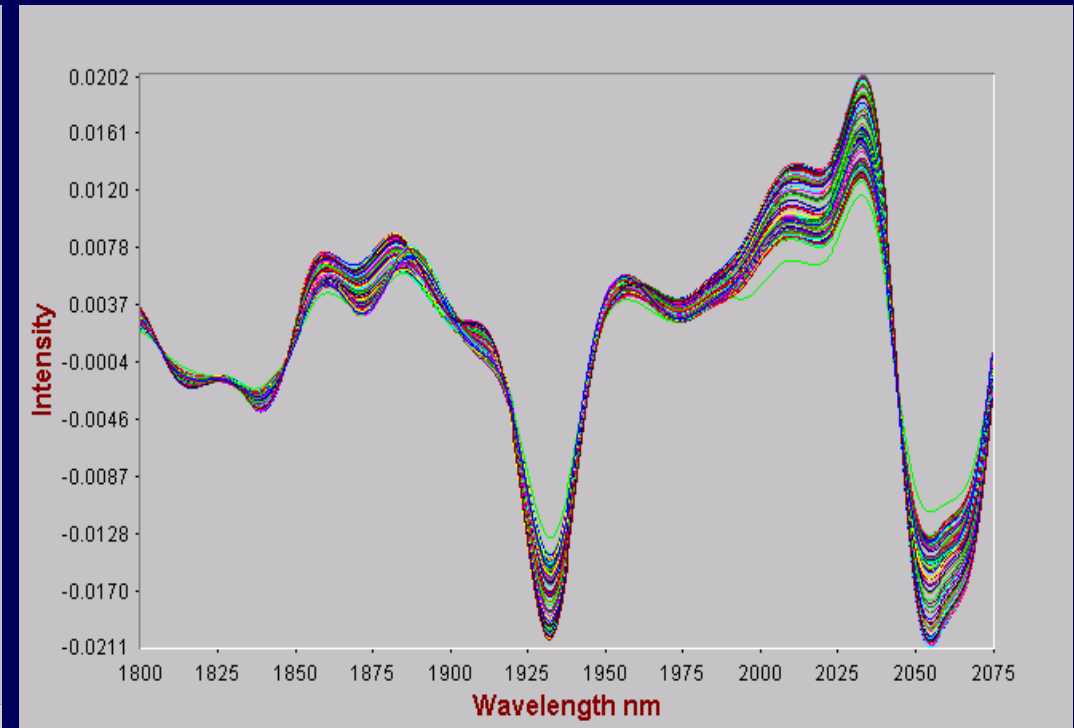
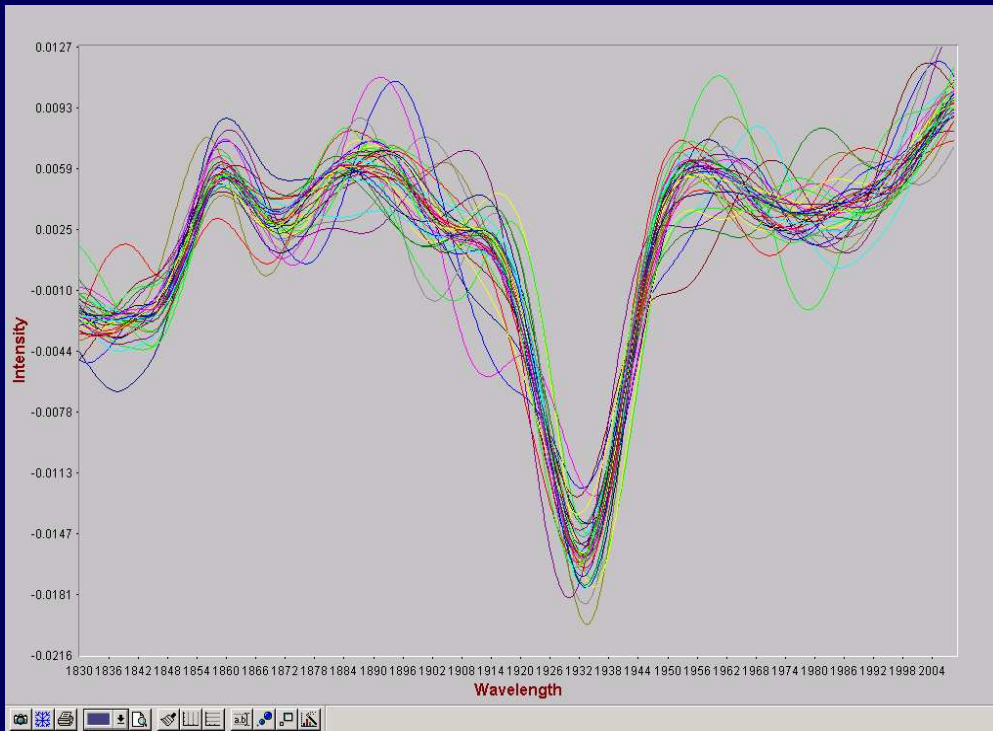
Sonde réflectance à 45°

- ◆ **Conçue pour un meilleur interfaçage avec le procédé (contact matière)**
- ◆ **Densité de produit sur la fenêtre de la sonde constante tout au long de l'opération**



- ◆ **Diamètre : 1 inch (2,54 cm), sonde en acier inoxydable**

Comparaison des spectres PIR



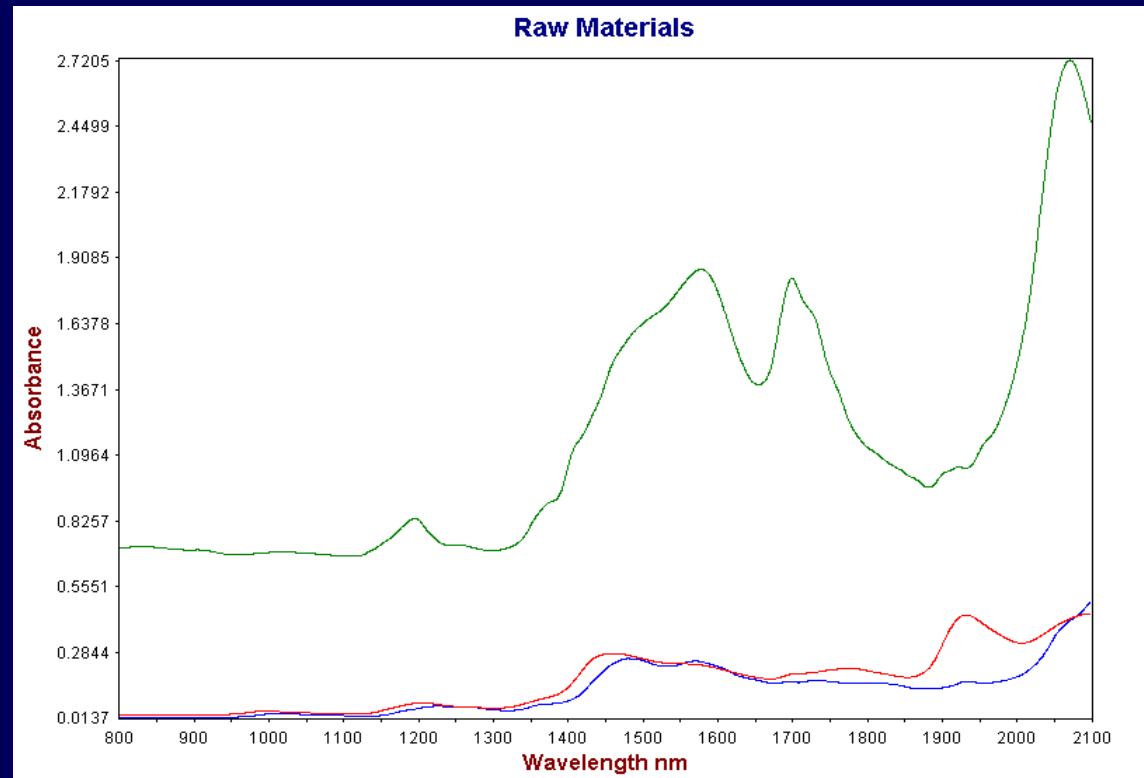
- **Sonde en réflectance standard**

- **Sonde « optimisée » à 45 degré**

Expérimentation

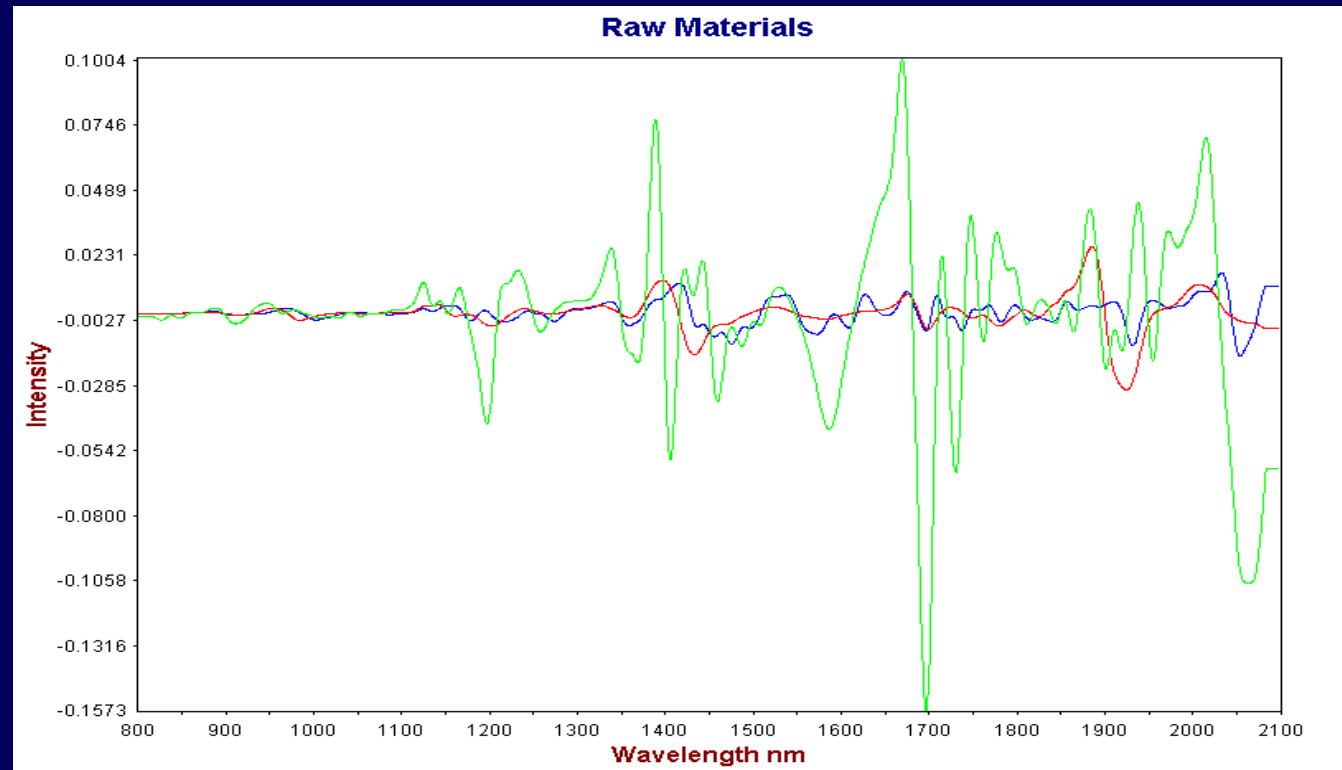
- ◆ **Homogénéisation du mélange (lactose + amidon) dans le granulateur, puis ajout d'eau et de méthanol**
- ◆ **Acquisition en continu des spectres sur un XDS process (32 scans/échantillons ; plage 800-2100nm) pendant les étapes de mélange, granulation et séchage (sous 200mbars)**
- ◆ **Prise d'échantillon pour analyse labo à intervalles fixes**
- ◆ **Durée de l'OP = 43 minutes ce qui représente 150 spectres par batch**

Spectres bruts



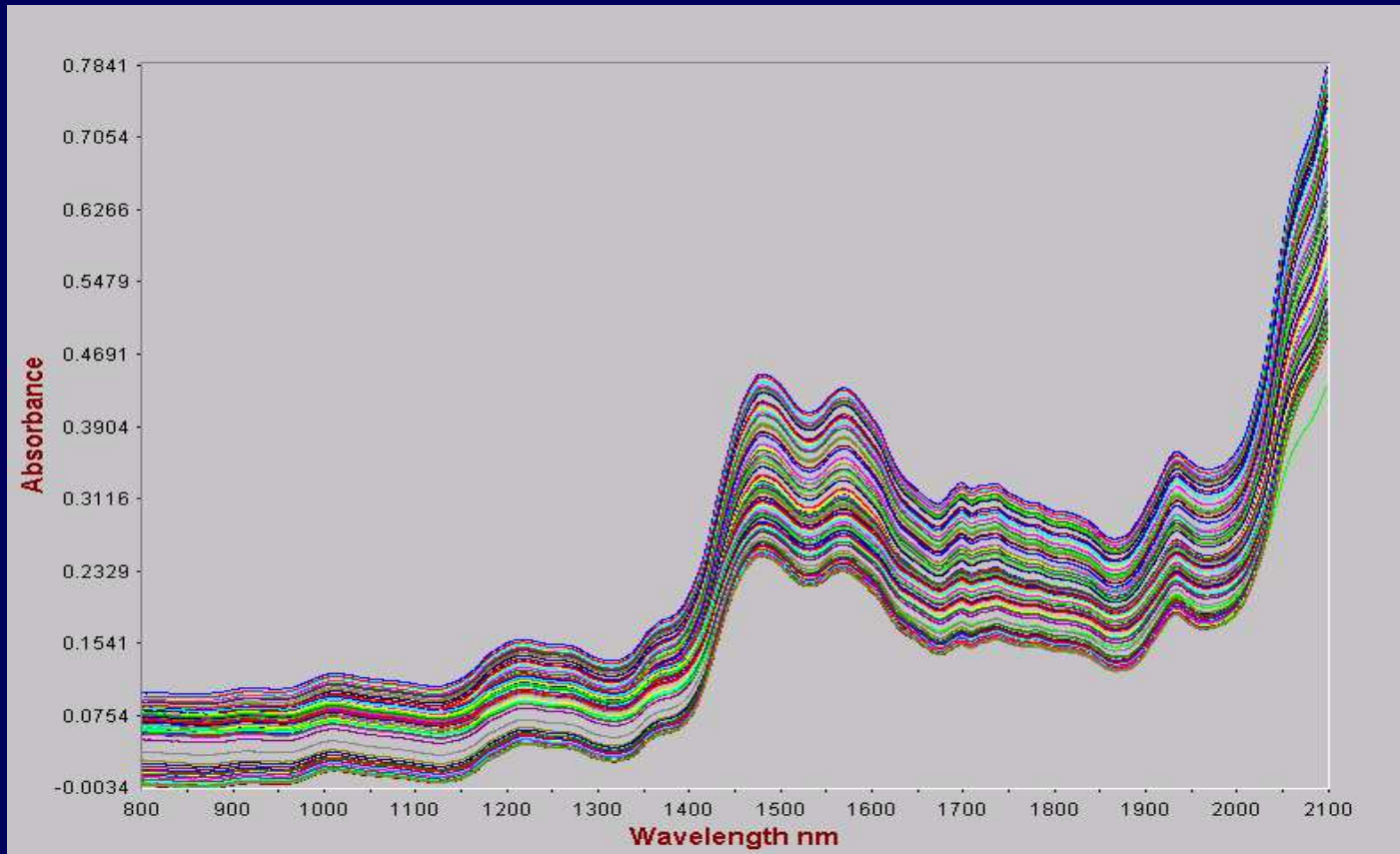
- ◆ Spectres bruts des matières premières : lactose anhydre en bleu, amidon en rouge et méthanol en vert

Spectres dérivés



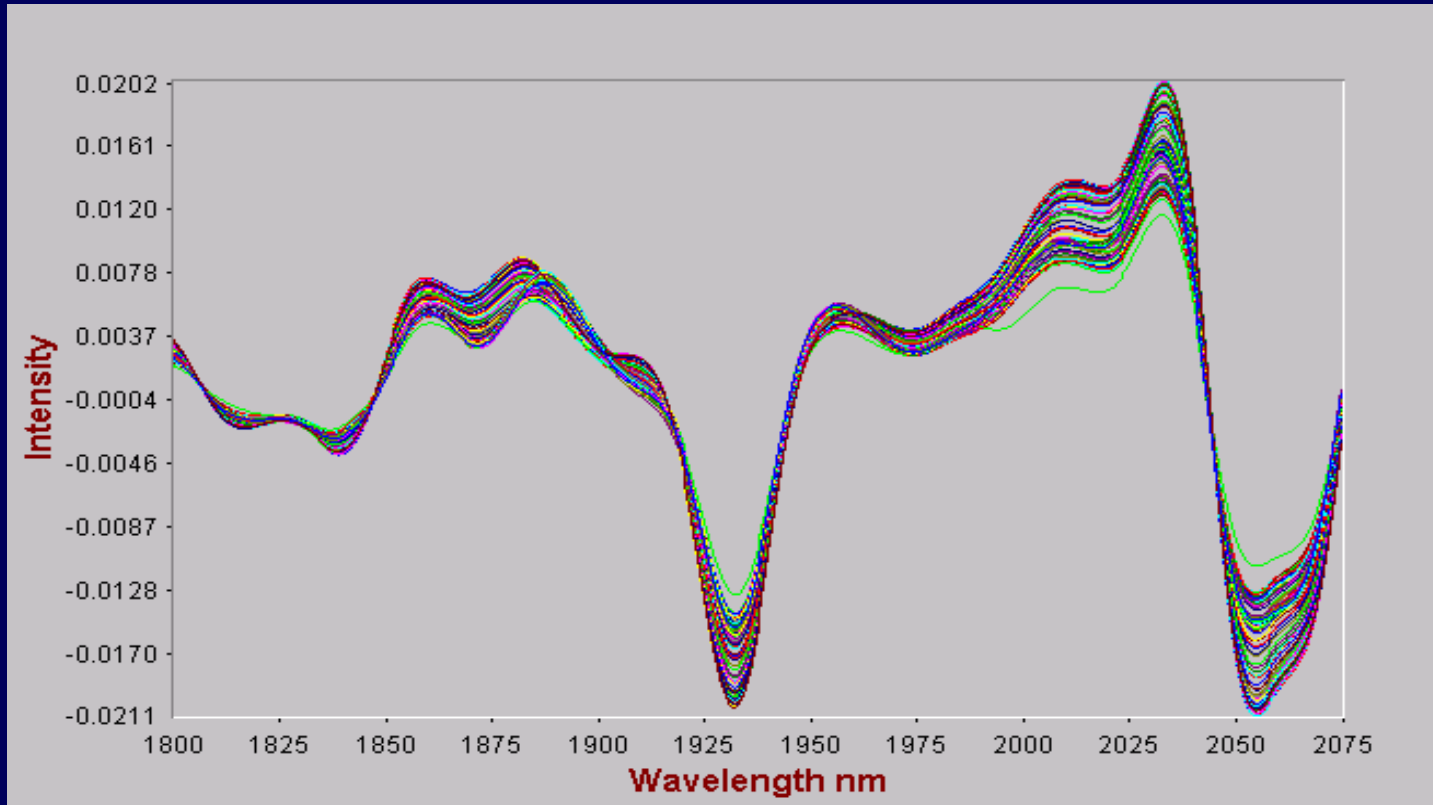
- ◆ Spectres en dérivée seconde : lactose anhydre en bleu, amidon en rouge et méthanol en vert

Spectres d'une opération complète



- ◆ Spectres bruts du mélange 5. Variations de ligne de base principalement due à l'évolution de la granulométrie pendant l'étape de granulation.

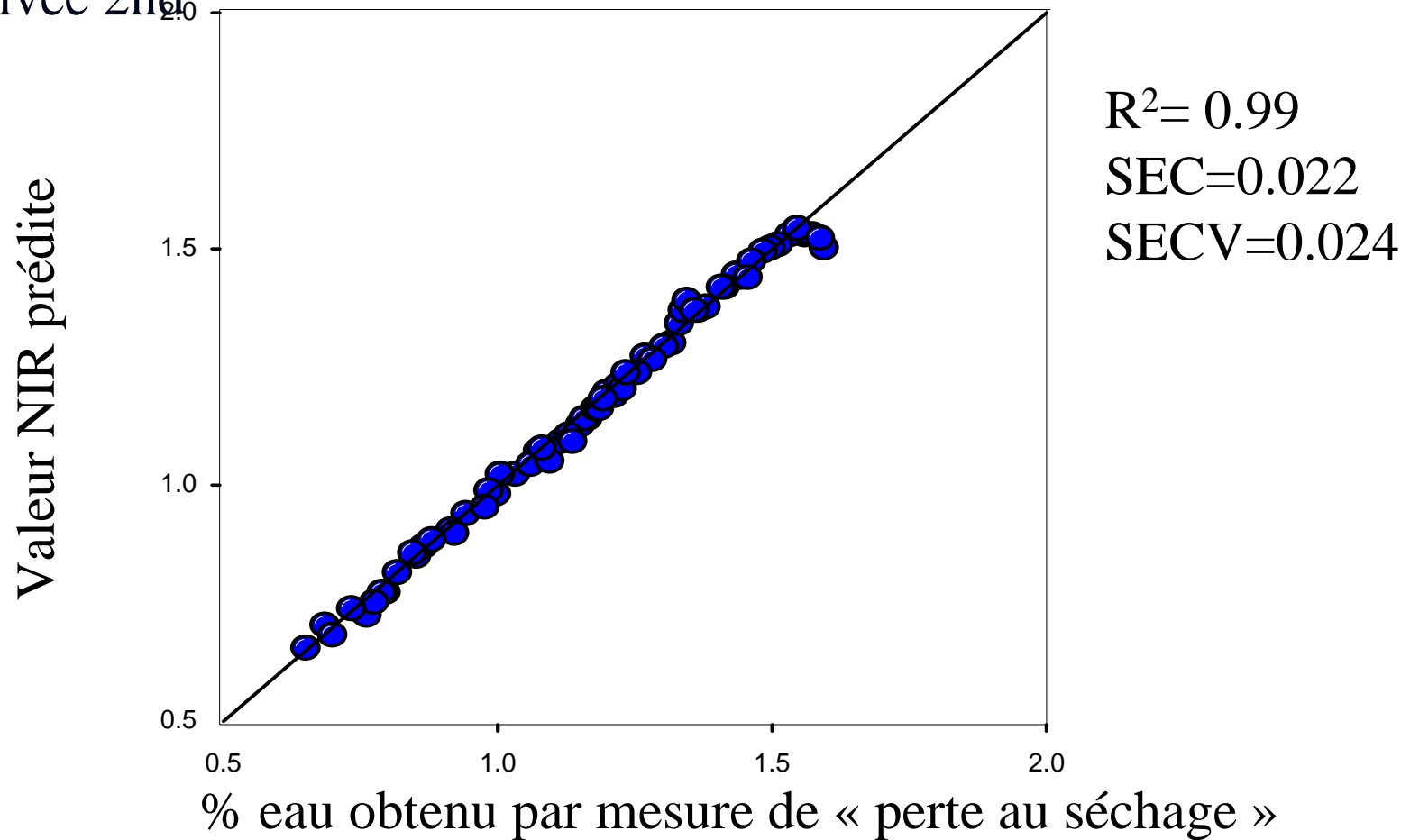
Spectres dérivés



- ◆ Zoom sur les spectres en dérivée 2nd dans la région utilisée pour modéliser les variations en eau et en méthanol. La dérivée seconde est appliquée aux spectres bruts afin de corriger les variations de lignes de base et d'augmenter les variations spectrales.

Droite de calibration pour l'eau

PLS à 4 facteurs sur la plage 1800-2084nm à partir des spectres en dérivée $2nd_0$

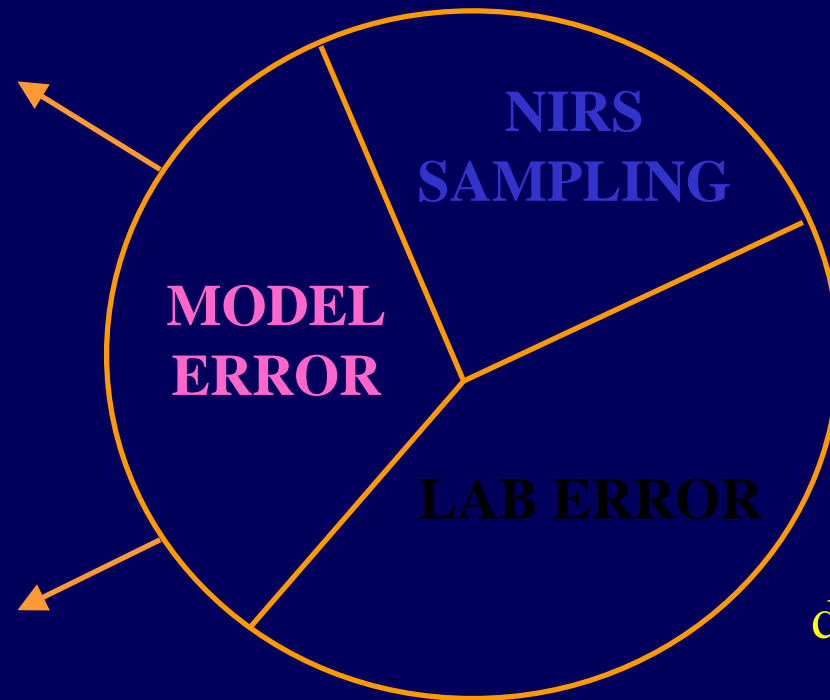


Précision et justesse

$$SEP = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (NIRS_i - LAB_i)^2}$$

ACCURACY →
quality of the fit =
modélisation

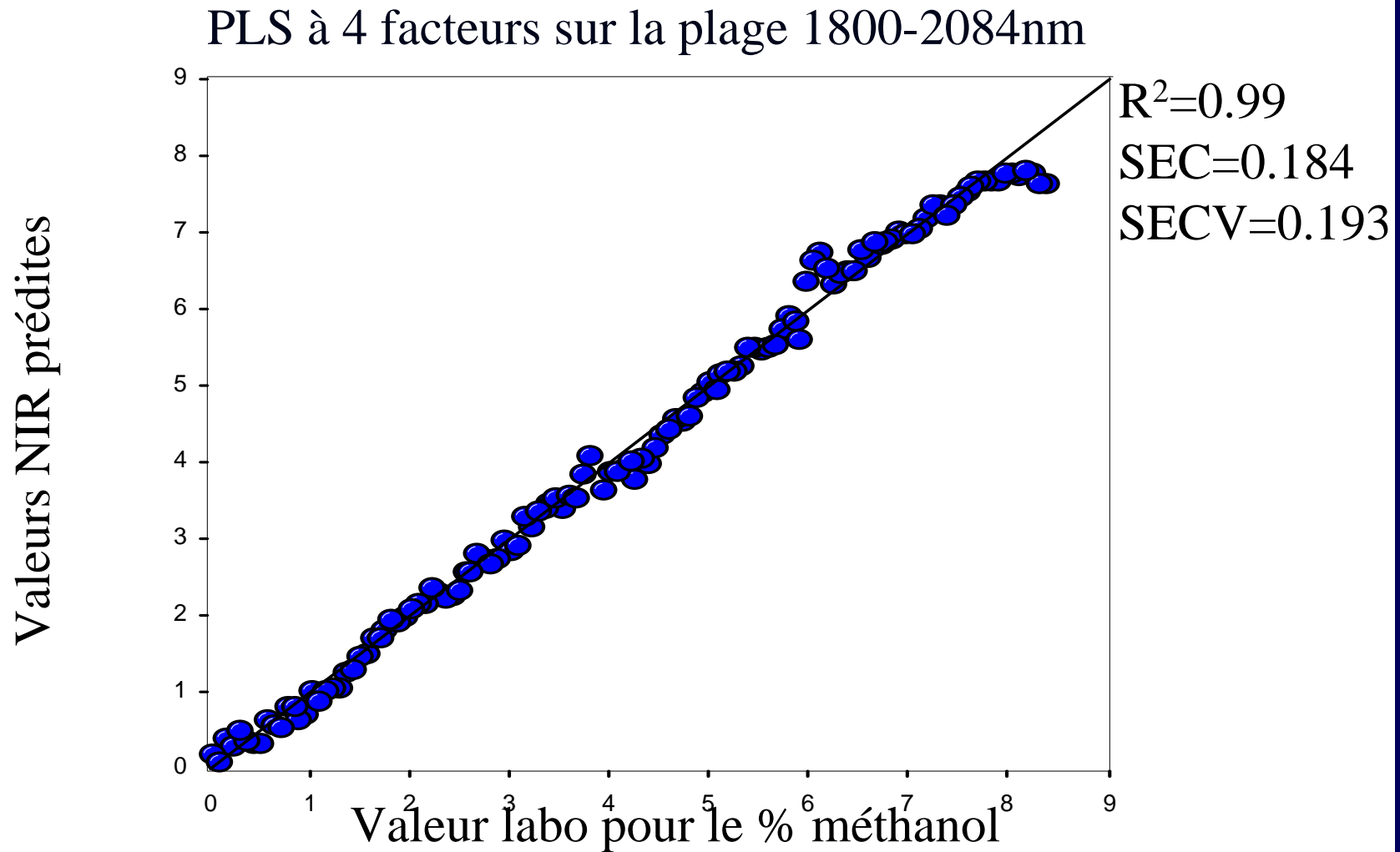
PRECISION →
error of the estimates =
résidus



Same sample →
different spectra

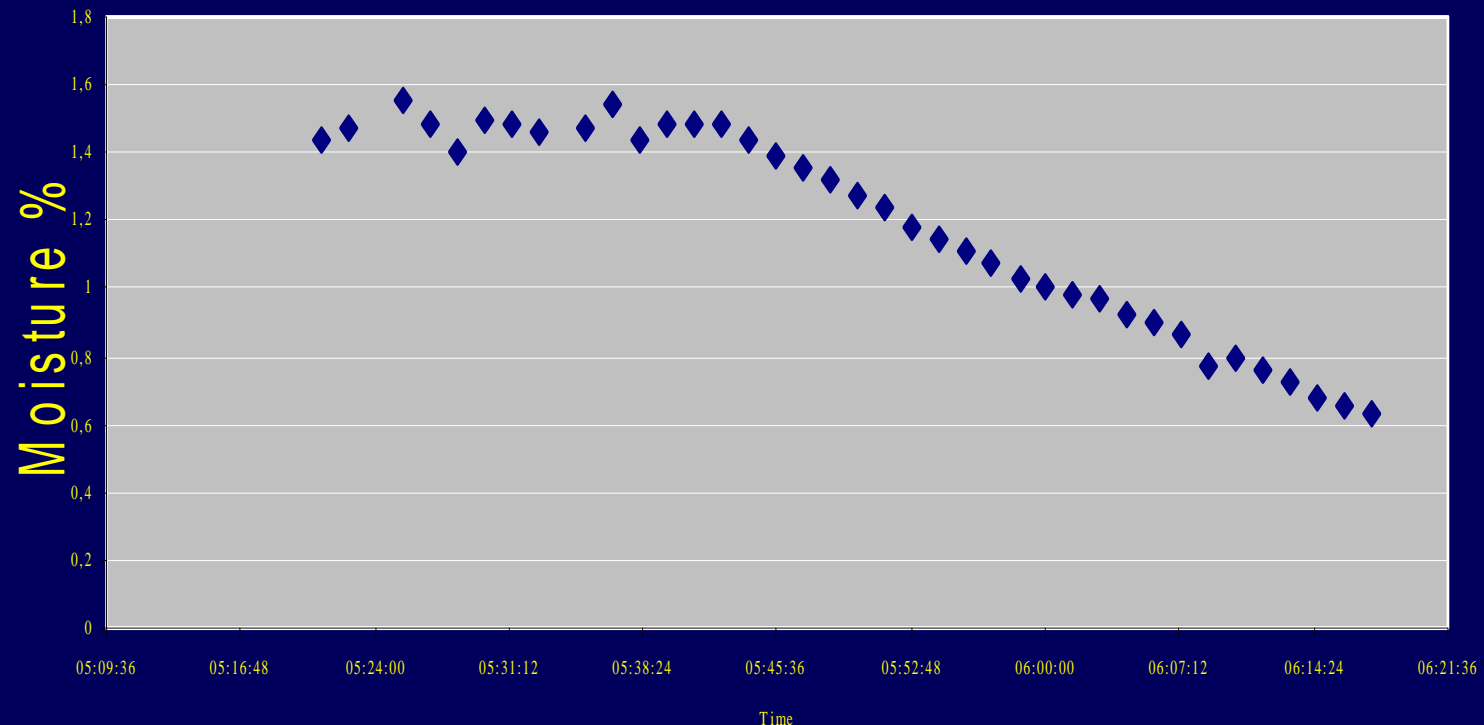
Same sample →
different lab values

Droite de calibration pour le Méthanol



Suivi prédiction H2O

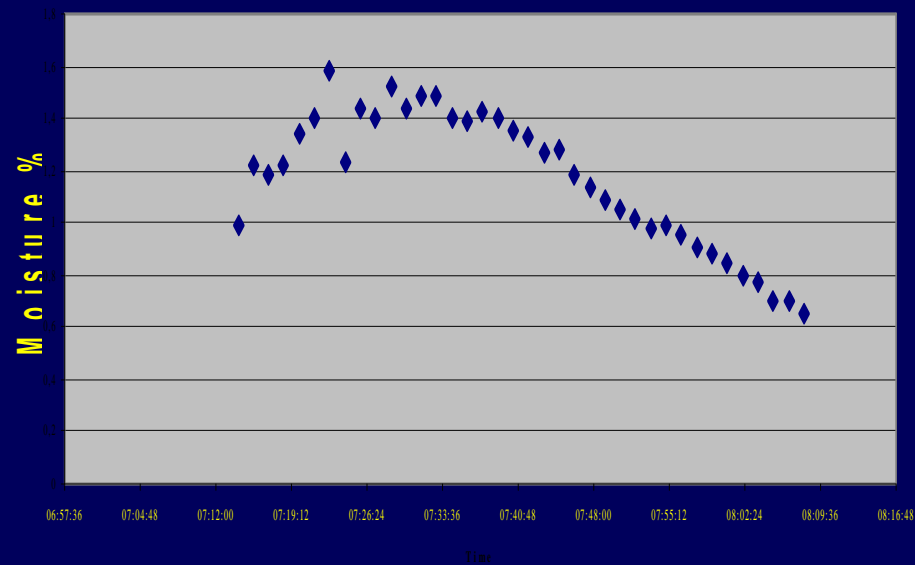
Blend #4 Moisture % vs Time



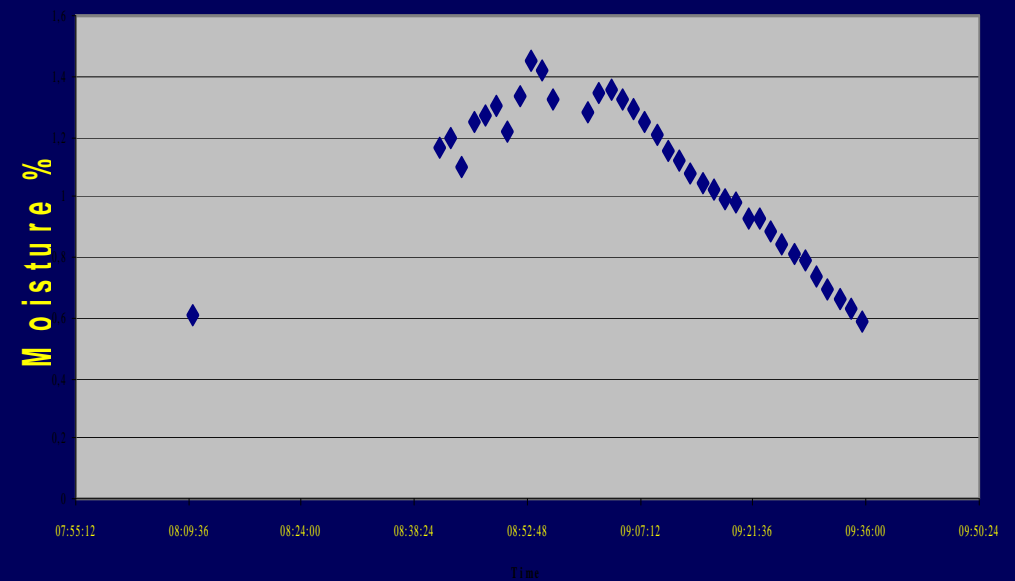
- ◆ Suivi de la prédiction du paramètre « eau » tout au long des étapes de mélange, granulation et séchage pour le batch 4

Suivi prédiction H2O

Blend # 5 Moisture % vs Time



Blend # 6 Moisture % vs Time



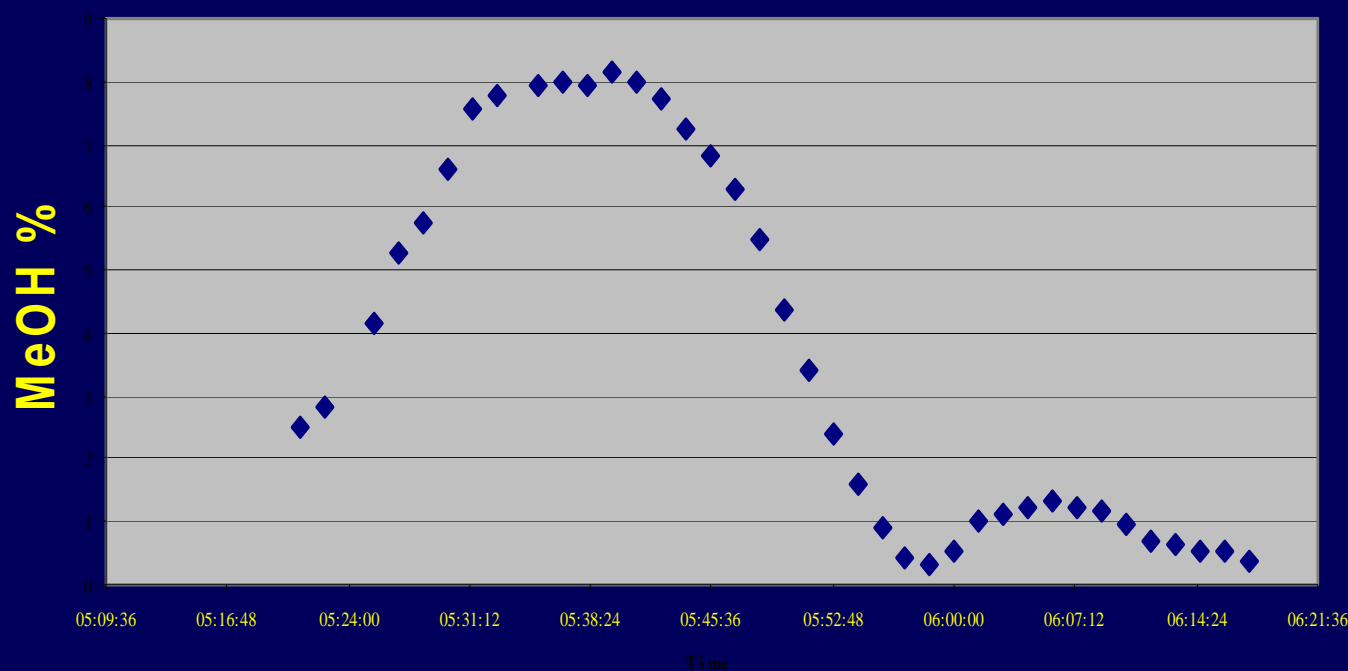
◆ Suivi batch 5 et 6

Dedicated Analytical Solutions

FOSS

Suivi prédiction Méthanol

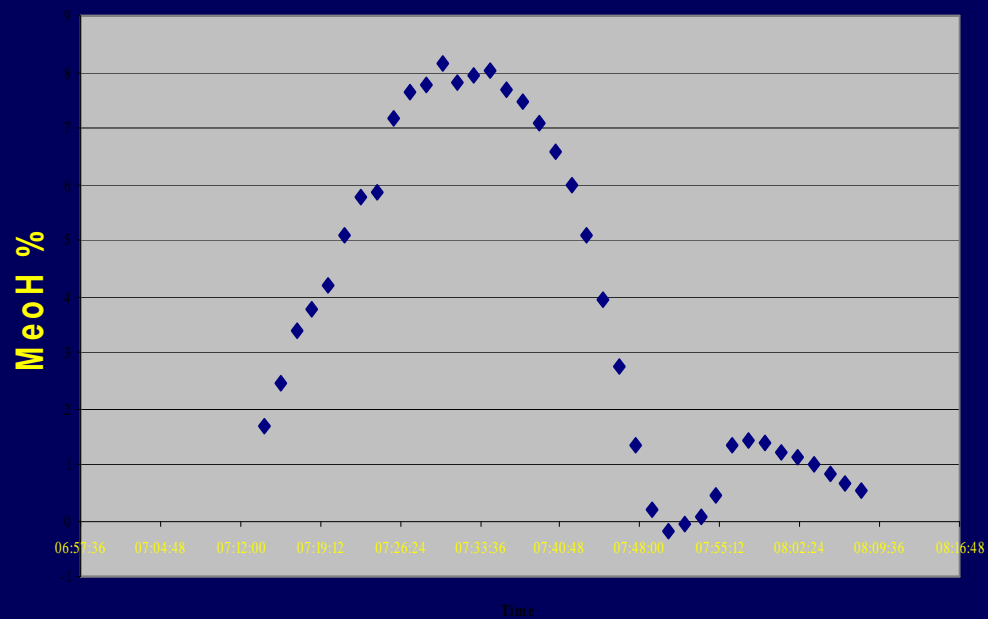
Blend # 4 MeOH % vs Time



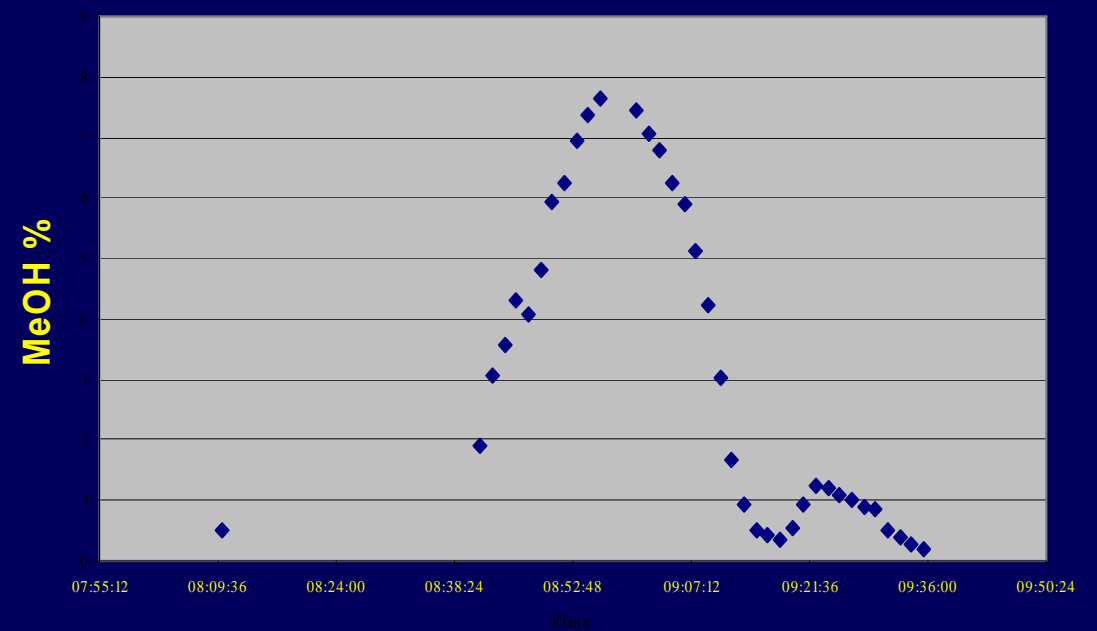
- ◆ Suivi de la prédiction du paramètre « méthanol » tout au long des étapes de mélange, granulation et séchage pour le batch 4

Suivi prédiction Méthanol

Blende # 5 MeOH vs Time



Blend # 6 MeOH % vs Time



◆ Suivi batch 5 et 6

Dedicated Analytical Solutions

FOSS

Conclusions de l'étude

- ◆ **L'appareil Foss XDS process a permis de contrôler et suivre l'évolution de quantités résiduelles en eau et méthanol tout au long des étapes de mélange, granulation et séchage**
- ◆ **La sonde spécialement développée pour cette application permet d'obtenir un meilleur interfaçage avec le procédé, paramètre indispensable au développement de l'application**
- ◆ **Amélioration des résultats liés à la précision de l'analyse de référence**

CONCLUSION

AVANTAGES de la technique PIR

- **Contrôle in-line du procédé dans sa globalité**
- **Obtention de paramètres qualitatifs et quantitatifs**
- **Vitesse d'analyse inférieure à 20 secs**
- **Communication avec automate permettant le contrôle et la régulation du procédé en « temps réel »**
- **Analyse en routine automatisée**