



Guide pour l'analyse du taux d'humidité



Ingeniously Practical

Table des matières

1. Introduction à la notion de taux d'humidité et présentation des techniques de mesure	4
Définition du taux d'humidité	4
Qu'est-ce que l'analyse thermogravimétrique de l'humidité ?	4
Comparaison chauffage métallique et chauffage halogène	5
2. Installation et configuration initiale Sélectionner un emplacement.	6
Sélectionner un emplacementn.	6
Configuration initiale.	6
3. Détermination de l'humidité à l'aide d'un dessiccateur de la série MB	7
Qu'est-ce qu'une méthode ?	7
Paramètres des méthodes	8
Préparation des échantillons.	10
4. Démarrage : considérations d'échantillonnage et mise au point des méthodes	11
5. Nettoyage et maintenance	14
6. Annexes	16
Tableau des applications – Méthodes selon les échantillons	16
Résolution des problèmes	18
Conseils supplémentaires pour l'utilisation d'un dessiccateur	18
Étude de cas no 1 : homogénéité de l'échantillon	19
Références	19

1. Introduction à la notion de taux d'humidité et présentation des techniques de mesure

Définition du taux d'humidité

L'eau est essentielle à la vie ; elle joue un rôle crucial dans les fonctions physiques et chimiques de notre corps, la nourriture que nous mangeons et les matériaux qui nous entourent. Dans de nombreux secteurs d'activité, il est important, voire essentiel, de mesurer la teneur en eau des substances afin d'évaluer la qualité, d'ajuster les procédés de fabrication et de garantir la conformité des produits avec les réglementations et les recommandations. La quantité d'eau disponible détermine la durée de conservation et la stabilité de nombreux systèmes. Par exemple, la présence d'eau dans les aliments a un impact important sur leur sensibilité aux activités chimiques, enzymatiques et microbiennes.

La teneur en eau est un paramètre également important pour le traitement et la manipulation des :

- produits cosmétiques,
- produits pharmaceutiques,
- aliments,
- produits d'hygiène corporelle,
- produits papetiers et pâte à papier,
- produits chimiques spécialisés.

Mesurer la quantité d'eau présente dans un matériau spécifique peut s'avérer très difficile étant donné la complexité de la molécule d'eau et de ses fortes capacités de liaisons intermoléculaires. Dans la plupart des cas, la mesure de la teneur en eau se définit plus précisément comme la mesure **du taux d'humidité, qui est la masse d'eau par unité de masse de matériau sec.**

Les dessiccateurs de la série MB de OHAUS mesurent l'humidité de manière thermogravimétrique. En analyse thermogravimétrique de l'humidité, on définit l'humidité comme étant la perte de masse observée lorsque l'échantillon est chauffé, cette perte étant, en théorie, basée sur l'évaporation de l'eau au cours du processus de séchage. Cette mesure ne discrimine pas la perte de poids en eau de la perte de poids en composés volatils ni celle issue de la décomposition de l'échantillon. **De ce fait, le taux d'humidité mesuré par les techniques thermogravimétriques inclut toutes les substances qui s'évaporent quand un échantillon est chauffé ; leur quantité est mesurée par la perte de poids au cours du processus de chauffage. C'est pour cela que l'on utilise le terme de « taux d'humidité » plutôt que celui de « teneur en eau » lors de l'utilisation d'un appareil thermogravimétrique.**

Qu'est-ce que l'analyse thermogravimétrique de l'humidité ?

Le taux d'humidité influence le poids, la densité, la viscosité, l'indice de réfraction et la conductivité électrique d'un matériau. Les méthodes de test du taux d'humidité exploitent généralement au minimum l'une de ces propriétés physiques et chimiques. Les mesures directes concernent la présence d'eau en tant que telle, à travers sa suppression ou ses interactions chimiques. L'utilisation d'un dessiccateur thermogravimétrique est une façon de mesurer directement le taux d'humidité d'un échantillon en utilisant la technique de la perte au séchage (loss on drying LOD).

La LOD mesure le poids d'un échantillon avant et après une procédure de séchage et utilise le delta de poids pour déterminer le pourcentage d'humidité en tant que poids ôté par le processus de chauffage comparativement au poids initial de l'échantillon.

Ce processus est effectué classiquement dans un four de séchage avec une balance pour déterminer le poids initial et le poids final de l'échantillon, puis en utilisant un calcul mathématique pour déterminer le taux d'humidité ($(\text{poids initial} - \text{poids final}) / \text{poids initial}$). Ce processus prend classiquement plusieurs heures pour s'achever et est vulnérable aux erreurs de l'utilisateur.

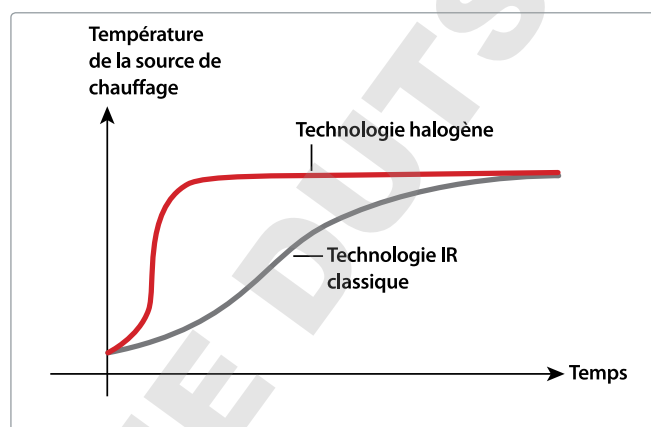
Un dessiccateur utilise le même principe, mais il s'agit d'un système automatisé qui emploie un élément de chauffage contrôlé par microprocesseur et un analyseur dans un seul et même appareil. En utilisant un appareil de ce type, le taux d'humidité d'un échantillon peut être mesuré en quelques minutes au lieu de quelques heures.

Comparaison chauffage métallique et chauffage halogène

Les dessiccateurs thermogravimétriques sèchent efficacement les échantillons en transférant l'énergie à la fois par radiation (transmission d'énergie sous forme d'ondes ou de particules à travers un milieu, ici, l'échantillon) et par convection (transfert de chaleur par mouvement de masse). En comparaison, un four de séchage conventionnel utilise principalement la convection pour sécher un échantillon. Les éléments de chauffage qu'ils soient métalliques ou à halogène émettent de l'énergie dans le spectre infrarouge. (Les deux méthodes sont utilisées dans la série OHAUS MB.)

Les rayonnements infrarouges (IR) font partie du spectre électromagnétique et se situent entre l'énergie micro-onde et la lumière visible. Les ondes infrarouges ont une composante de rayonnement thermique et se situent dans la gamme de longueurs d'onde allant de 0,75 micromètre (longue longueur d'onde à la limite du rouge visible) à 1,5 micromètre (à la limite des micro-ondes). L'énergie infrarouge n'est pas perceptible par l'oeil humain. La lumière rouge souvent associée au chauffage à infrarouge est en réalité de la lumière rouge réfléchiée située dans le spectre visible.

Certains dessiccateurs utilisent un élément de chauffage métallique qui est simplement une pièce en métal à faible résistance qui convertit l'électricité en chaleur. De tels chauffages sont appropriés pour des domaines (tels que l'agro-alimentaire) où la présence de composants en verre est interdite pour des raisons réglementaires ou de sécurité. Les chauffages métalliques ne sont pas idéaux, car ils ont une très grande masse thermique et prennent un temps significativement plus long pour chauffer comparativement aux chauffages à halogène, ce qui les rend plus difficiles à contrôler et ne fournit pas une reproductibilité optimale dans un dessiccateur. Les radiateurs à halogène disposent d'un élément de chauffage en tungstène contenu dans un tube en verre compact rempli d'un gaz halogène pour préserver l'élément en tungstène. Le radiateur à halogène émet des rayonnements infrarouges dans la gamme des infrarouges courts s'étendant de 0,75 à 1,5 micromètre. La nature compacte du radiateur à halogène améliore le temps de réponse de chauffage/refroidissement, ce qui réduit le temps nécessaire pour que l'unité de chauffage atteigne sa pleine puissance de chauffage, ce qui au final réduit les exigences de temps requises pour obtenir le séchage des échantillons. Cela permet également un contrôle plus précis au cours du processus de chauffage.



Chauffage rapide pour minimiser la durée des tests.

La technologie de chauffage infrarouge à halogène commence à sécher les échantillons en quelques secondes et fonctionne jusqu'à 40 % plus vite que les méthodes à infrarouge classiques, pour un rendement plus élevé et une journée de travail plus efficace.

2. Installation et configuration initiale

Il est impératif que le dessiccateur soit correctement installé afin d'assurer une reproductibilité élevée et les meilleurs résultats possibles. Étant donné que les modifications environnementales peuvent impacter négativement les résultats d'une mesure d'humidité, le dessiccateur doit généralement être placé dans un endroit où les facteurs environnementaux (température, humidité, vibrations) sont aussi stables que possible.

Il est important de s'assurer que non seulement la température est stable au cours d'une mesure, mais aussi que le dessiccateur est situé dans un environnement similaire à celui dans lequel il était lors du calibrage. Si les conditions opérationnelles sont modifiées, l'appareil doit être à nouveau calibré en utilisant un kit de réglage de la température pour obtenir les meilleurs résultats possible. Reportez-vous à votre mode d'emploi pour des instructions sur la façon d'effectuer un réglage de température sur votre dessiccateur de la série MB.

Dans la section suivante, nous allons passer en revue les facteurs à prendre en compte lors du choix de l'emplacement de votre dessiccateur.

Sélectionner un emplacement

Emplacement physique

Comme pour toute balance, un dessiccateur doit être placé sur une table solide ou sur un plan de travail exempt de vibrations. La surface doit être assez stable afin qu'aucune vibration ne soit enregistrée comme une modification de poids lorsqu'elle est heurtée ou lorsque l'on marche autour de la zone. Veuillez noter que l'unité comporte un ventilateur qui fait circuler l'air ambiant par l'intermédiaire d'une chambre au sein de l'appareil afin de garantir une température constante au niveau de la cellule de pesage lors du chauffage. Pour s'assurer que le ventilateur fonctionne correctement, le dessiccateur doit être placé dans une zone ouverte et ne doit pas être placé directement contre un mur.

Pour les échantillons extrêmement sensibles ou pour les cas pour lesquels la sensibilité de lecture est essentielle, il faut envisager de placer l'analyseur dans un caisson environnemental où la température et l'humidité sont étroitement contrôlées.

Température

Des températures changeantes et des conditions de démarrage à froid (l'état de démarrage du dessiccateur après qu'il n'a pas été utilisé pendant un certain temps) peuvent affecter vos résultats. Idéalement, une température de fonctionnement de 20 °C devrait être maintenue constante. Une fois que l'appareil est installé, la température doit être maintenue constante et l'appareil ne doit pas être placé à proximité d'autres objets (notamment les fenêtres) qui émettent de la chaleur. La température de fonctionnement ne doit jamais sortir des limites spécifiées dans le mode d'emploi ou dans la fiche technique.

Humidité

Il est également important d'éviter les changements rapides du taux d'humidité, car cela peut affecter la cellule de pesage et la faire se détourner de la normale, entraînant potentiellement un résultat des mesures imprécis. Le taux d'humidité relative doit être d'environ 50 % et l'humidité relative ambiante ne doit jamais sortir des limites spécifiées dans le mode d'emploi ou dans la fiche technique. Une fois que l'appareil est installé, l'humidité relative ambiante doit rester constante.

Courants d'air

Comme pour toute balance, le dessiccateur doit être placé dans un endroit exempt de courants d'air. Cela inclut les appels d'air provoqués par les fenêtres ouvertes ou les systèmes de CVC.

Configuration initiale

Démarrage

Une fois que le dessiccateur a été configuré pour son utilisation, il est recommandé de laisser l'appareil branché. Bien que l'afficheur puisse s'éteindre pour économiser de l'énergie, la cellule de pesage doit être alimentée en permanence pour s'assurer qu'elle est toujours prête pour les mesures. Lorsque l'analyseur est branché pour la première fois, laissez-le se réchauffer pendant 3 heures avant la première utilisation.

Mis à niveau

Il est important de mettre à niveau le dessiccateur pour garantir la meilleure précision de pesage possible. Pour mettre à niveau l'analyseur, faites tourner les pieds de mise à niveau jusqu'à ce que le niveau à bulle soit dans la position correcte. Consultez le mode d'emploi de votre appareil pour des informations supplémentaires sur la façon de niveler votre dessiccateur.

Ajustement

La série MB de dessiccateurs OHAUS sont livrés pré-réglés et sont prêts à l'emploi dans des environnements optimaux. Il est recommandé de réajuster l'analyseur en effectuant un réglage du poids et de la température avant la première utilisation et en cas de changement des conditions ambiantes (y compris en cas de déplacement de l'appareil dans un nouvel endroit), afin de compenser les changements qui peuvent affecter la quantité d'énergie transmise à la surface des échantillons. Il est recommandé également d'ajuster périodiquement l'humidité en se basant sur l'utilisation afin de compenser l'éventuelle accumulation de substances sur les surfaces intérieures (reportez-vous à la section nettoyage et maintenance du présent document pour de plus amples informations).

3. Détermination de l'humidité à l'aide d'un dessiccateur de la série MB

Remarque : Bien que cette section fasse référence spécifiquement au dessiccateur OHAUS MB120 (certains caractéristiques peuvent être absentes sur d'autres modèles), les principes décrits ici peuvent s'appliquer à tout dessiccateur thermogravimétrique.

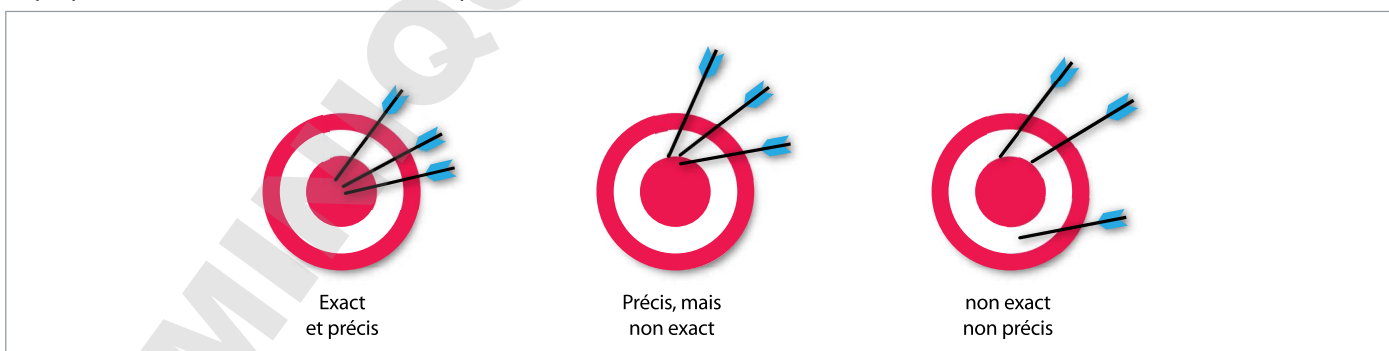
Les dessiccateurs OHAUS de la série MB sont basés sur une technologie de radiateur à halogène (à l'exception du MB23 qui utilise un élément de chauffage métallique). Ces instruments peuvent être utilisés pour mesurer la teneur en eau d'une grande variété de matériaux.

Qu'est-ce qu'une méthode ?

Une méthode est un ensemble de paramètres qui définissent la façon dont un échantillon est séché. Une méthode se compose d'un programme de séchage, d'une ou de plusieurs températures, d'un critère d'arrêt et d'autres paramètres qui définissent la façon dont les résultats sont rendus (p. ex., les unités de mesure). L'utilisateur peut déterminer la meilleure méthode pour sécher un échantillon afin de produire le résultat requis.

Comparaison exactitude et précision

L'exactitude caractérise l'écart entre une valeur mesurée et la valeur réelle ou correcte. La précision caractérise l'écart entre les valeurs ; elle est couramment représentée par l'écart-type d'un ensemble de valeurs. Il est important de noter que le but d'un dessiccateur est d'être précis, de telle sorte que des multiples échantillons mesurés selon les mêmes conditions produisent un ensemble de résultats avec une variance réduite. L'utilisateur doit sélectionner une méthode et préparer l'échantillon de telle manière que l'exactitude est assurée.



Afin d'illustrer ce concept, imaginez la cuisson de biscuits. Si la pâte est préparée de la même façon et est distribuée équitablement sous forme de boules de pâte homogènes sur une plaque de cuisson, il est possible que le four ne cuise pas suffisamment la pâte (si sa température est trop basse ou si le temps de cuisson est trop court) ou qu'il brûle la pâte (si sa température est trop élevée ou si le temps de cuisson est trop long). Cependant, si la pâte est préparée en permanence et qu'elle est cuite en utilisant la température et la durée optimales, les biscuits cuits devraient être identiques à chaque fois. De même, si l'utilisateur d'un instrument thermogravimétrique fournit les intrants corrects, les résultats devraient présenter une variance faible.

Paramètres des méthodes

Température de séchage

Les dessiccateurs de la série MB (selon le modèle) fournissent une large gamme de températures de séchage. Alors que des températures allant de 40 °C à 230 °C peuvent être atteintes au cours d'une application de séchage, la plupart des échantillons sont mesurés dans la gamme de température allant de 100 °C à 140 °C.

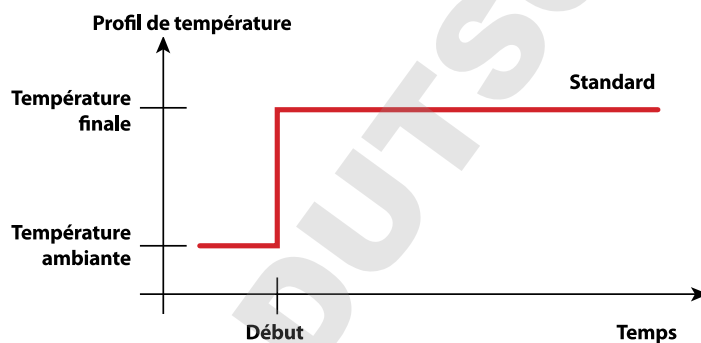
Profils de séchage

Le taux d'humidité est fortement influencé par la température de séchage utilisée pour éliminer l'humidité. Un chauffage excessif peut résulter en un taux d'humidité élevé affiché à cause de la décomposition de l'échantillon ou de la modification de sa structure chimique. En plus de donner des valeurs de lecture artificiellement élevées, les résultats sont difficilement reproductibles en test lorsque le profil de séchage est trop agressif. Inversement, des niveaux de chauffage plus bas peuvent préserver l'intégrité des échantillons, mais prolongent le processus de séchage, ce qui rend le test irréalisable pour une utilisation en production.

Les dessiccateurs de la série MB proposent un ensemble de programmes de séchage qui permettent une personnalisation par l'utilisateur du profil de séchage des échantillons. En personnalisant le programme de séchage, l'utilisateur peut optimiser les mesures du taux d'humidité afin d'améliorer les conditions de séchage et de diminuer le temps de fonctionnement tout en réduisant à un minimum la décomposition de l'échantillon ou la modification de la structure chimique, ce qui au final améliore la justesse de la reproductibilité du test de l'humidité. Les quatre profils de température de base (standard, rapide, étape et rampe) peuvent être personnalisés en spécifiant une/des température(s) cible(s).

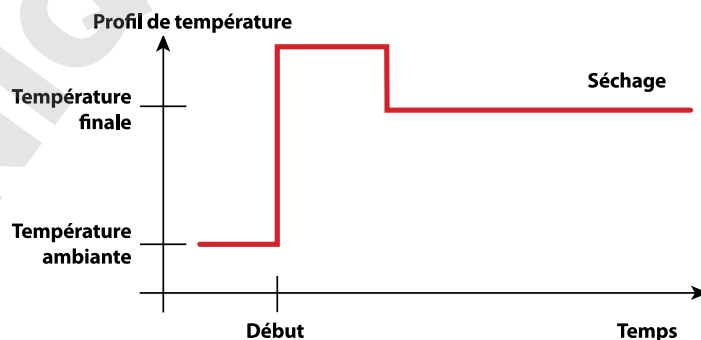
Standard

Le profil de séchage Standard est le plus utilisé ; il est suffisant pour la plupart des échantillons. Dans ce profil de séchage, la température cible est atteinte et maintenue jusqu'à la fin de la mesure.



Rapide

Le profil de séchage Rapide est adapté aux échantillons ayant les taux d'humidité les plus élevés, car il se base sur l'humidité disponible pour éviter la carbonisation de l'échantillon. Dans ce profil de séchage, la température cible est dépassée de 40 % pendant les 3 premières minutes, puis revient à la température cible qui est maintenue jusqu'à la fin de la mesure.



Étape

Le profil de séchage Étape permet le maintien pendant des périodes définies de temps de plusieurs températures, ce qui donne un meilleur contrôle sur la température de séchage. Ce profil peut être utile pour les échantillons dans lesquels une température basse est utilisée en premier pour sécher et mesurer la température de surface, puis pour lesquels une température plus élevée est utilisée pour libérer et mesurer l'humidité liée. Vous pouvez également utiliser une température plus élevée en premier pour consumer les solvants volatils puis une ou des température(s) plus basse(s) peut/peuvent être utilisées pour mesurer le taux d'humidité.

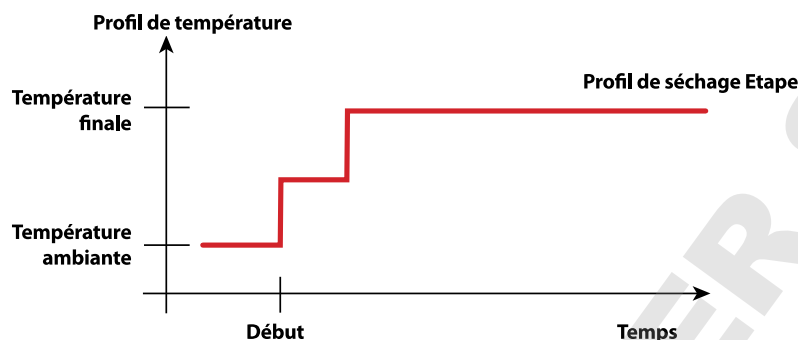


Figure 3. Profil de séchage Étape

Rampe

Le profil de séchage doux Rampe permet à l'utilisateur d'obtenir une montée progressive en température au cours d'une certaine période de temps. Il peut être utile pour sécher une substance ayant une forte teneur en sucre : une montée en température lente augmente la possibilité pour l'eau liée de s'évaporer avant la formation d'une couche caramélisée, sous laquelle l'eau liée est piégée..

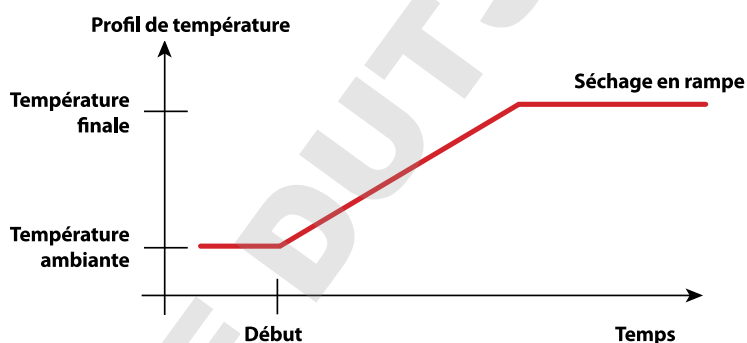


Figure 4. Profil de séchage Rampe

Critère d'arrêt

Un critère d'arrêt définit le moment où le dessiccateur arrête de chauffer et considère une mesure comme terminée. Cette opération peut être effectuée à la main ou par l'intermédiaire de plusieurs options intégrées pour garantir des résultats précis et reproductibles. Le moment et la façon dont un instrument met fin à un profil de chauffage peuvent être programmés en fonction du temps de fonctionnement ou en fonction des conditions de poids stationnaire. Les critères d'arrêt disponibles pour la série MB sont définis ci-dessous :

1. **Manuel** – l'utilisateur définit la fin du fonctionnement et éteint l'instrument manuellement.
2. **Programmé** – l'appareil s'arrête automatiquement à un moment prédéfini pendant l'analyse (p. ex., 10 minutes)
3. **Auto** – l'appareil s'arrête automatiquement sur base de la perte de poids par unité de temps. Pour le critère d'arrêt intégré Auto, la fin d'une mesure est atteinte lorsque la modification globale de poids observée est de moins de 1 milligramme par période de temps. Les choix préprogrammés disponibles sont :

A30 = < 1 mg de perte de poids en 30 secondes (échantillons à séchage rapide/mesures rapides)

A60 = < 1 mg de perte de poids en 60 secondes (la plupart des échantillons)

A90 = < 1 mg de perte de poids en 90 secondes (échantillons à séchage lent)

4. **AFREE** – arrêt Auto-free ; permet à l'utilisateur de définir les critères d'arrêts selon la perte de poids par unité de temps.

Préparation des échantillons

Le recueil et la préparation des échantillons ont une grande influence sur les lectures de l'humidité et sur la reproductibilité. Le recueil des échantillons peut se traduire par l'obtention d'échantillons sur la ligne de production à des intervalles de temps définis ou par l'obtention d'échantillons de chaque lot au cours d'une même journée.

Pour garantir des résultats reproductibles, il est important que les échantillons de test soient un mélange homogène et représentatif du matériau analysé. Pour de nombreux dispositifs, il est courant que le taux d'humidité varie selon l'endroit du matériau. Par exemple, la surface et les bords peuvent contenir moins d'humidité que les portions intérieures. Afin d'obtenir un échantillon représentatif, le matériau doit être mélangé de manière homogène et des portions du mélange doivent être utilisées pour des tests tardifs. (Voir annexe, cas d'étude no 1.)

La quantité d'échantillon choisie peut influencer le taux d'humidité obtenu à la lecture. Il est essentiel qu'une quantité appropriée soit utilisée pour obtenir une lecture pertinente. En général, une taille d'échantillon de 5 à 10 grammes est recommandée ; le poids minimal accepté est de 0,5 gramme. Des échantillons de petite taille doivent être utilisés uniquement quand le matériau à tester est difficile à obtenir ou cher.

Il est important que l'échantillon soit distribué équitablement sur la coupelle et que l'état physique du matériau permette l'absorption des IR et la dissipation de l'humidité. Bien que certains échantillons puissent être placés directement dans la coupelle, certaines altérations de l'état physique des échantillons sont nécessaires (par exemple une mise en poudre ou concassage) afin d'améliorer le processus de séchage. Il est important que l'échantillon ne gagne ni ne perde d'humidité au cours de ce processus. En appliquant certaines précautions et en s'organisant, il est facile d'éviter les modifications du taux d'humidité au cours de la préparation des échantillons.

L'idéal est de tester l'échantillon immédiatement après sa préparation. Conserver l'échantillon dans un récipient hermétiquement fermé permet d'éviter la migration de l'humidité avant les analyses et entre celles-ci.

Quantité d'échantillon et distribution

La taille de l'échantillon est dictée par les besoins de distribution dans la coupelle et par le taux d'humidité dans l'échantillon. En fonction du taux d'humidité, l'optimisation des conditions de séchage et la reproductibilité peuvent être influencées par la quantité d'échantillon évaluée.

La distribution de l'échantillon dans le plateau support affecte également la lecture du taux d'humidité et la reproductibilité. L'échantillon doit idéalement être distribué sous forme d'une fine couche homogène sur toute la surface du plateau. L'échantillon peut brûler s'il est réparti de manière trop fine et peut retenir de l'humidité s'il est accumulé sur une trop grande épaisseur ; dans les deux cas, la précision et la reproductibilité de la lecture finale de l'humidité seront affectées.

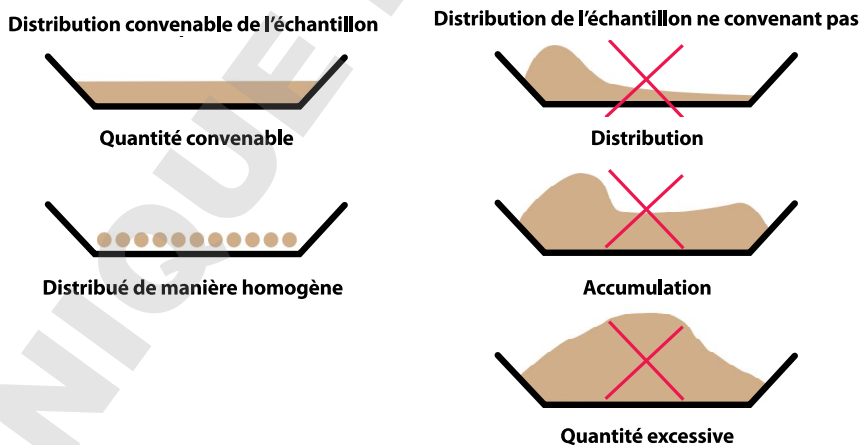


Figure 5. Exemples de bonnes et de mauvaises distributions d'échantillons sur le plateau de séchage

Utilisation de disques de fibres de verre

Les disques de fibres de verre sont des accessoires utiles pour les échantillons liquides et fournissent un support poreux et inerte. La dispersion du liquide dans le disque en fibres réduit la tension de surface de l'échantillon et augmente l'étendue de la surface, ce qui diminue la durée de l'analyse. Pour des mesures très sensibles ou à des fins de recherches, les disques peuvent être laissés dans le dessiccateur pour éviter d'avoir un effet sur la lecture de l'humidité. (Ceci n'est pas essentiel dans le cas des analyses de routine.)

4. Démarrage :

Considérations d'échantillonnage et mise au point des méthodes

Les dessiccateurs OHAUS de la série MB peuvent être utilisés pour analyser une grande variété de matériaux. La série MB offre une gamme élargie d'options (p. ex., température, programmes de séchage, critères d'arrêt) que vous pouvez utiliser pour mettre au point la meilleure méthode d'analyse d'une substance donnée. Cependant, on peut être confronté à des difficultés lorsque l'on veut créer une méthode optimale ; c'est pourquoi nous vous recommandons de prendre le temps nécessaire pour expérimenter au cours de la mise au point de méthodes.

Lors de la conception et de l'optimisation du protocole de test, il est important que vous ayez une bonne connaissance du matériau. Évaluez les trois facteurs suivants avant de commencer :

Approximation du taux d'humidité	<ul style="list-style-type: none">• en se basant sur les informations disponibles dans les publications• calculé à partir des ingrédients de départ• estimé par comparaison avec des matériaux similaires
Sensibilité à la chaleur	<ul style="list-style-type: none">• présence de constituants volatils, en plus de l'eau• présence de constituants inflammables• propriétés de combustion de l'échantillon
État physique de l'échantillon	<ul style="list-style-type: none">• propriétés de la surface, absorption IR favorisée• distribution homogène de l'échantillon par rapport à la chaleur• conductivité thermique favorisée• capacité à dissiper la chaleur et l'humidité de la surface

La manière la plus classique de mettre au point une méthode pour une substance particulière est d'obtenir une valeur de référence, puis de développer une méthode pour reproduire la valeur cible avec la durée de séchage la plus courte possible. Pour obtenir une valeur de référence, utilisez la procédure LOD conventionnelle, un analyseur et un four séchant. Vous pouvez également utiliser un dessiccateur, un titrateur Karl Fisher ou une autre méthode.

Une fois que vous avez obtenu une valeur de référence, vous pouvez commencer à mettre au point une méthode appropriée sur un dessiccateur. Nous vous recommandons de préparer un échantillon et de le sécher en utilisant la température la plus probable, puis d'analyser la courbe de séchage obtenue. Par exemple :

- Séchage standard à 120 °C
- Critère d'arrêt A60

Comprendre la courbe de séchage générée au cours du séchage de l'échantillon aidera à définir les conditions de tests appropriées pour votre échantillon. Des courbes de séchage asymptotiques témoignent d'échantillons qui atteignent un taux d'humidité constant au cours du processus de séchage. Optimiser le profil de température et le critère d'arrêt est généralement simple et permet d'obtenir des données répétables. Les disques en fibre de verre peuvent également être utilisés pour des matériaux qui sont sensibles à la chaleur ou qui ont tendance à former un film au cours du processus de séchage. Utiliser le disque en couche supérieure ou insérer le matériau entre deux disques protège l'échantillon des rayonnements IR. L'échantillon peut être séché par de la chaleur conventionnelle plutôt que directement à partir des rayonnements IR.

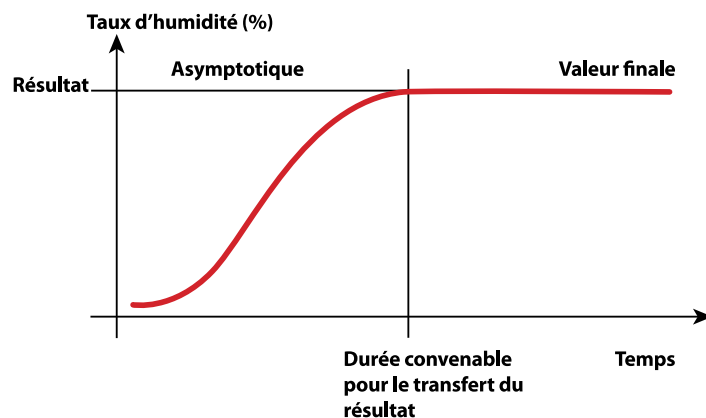


Figure 6. Représentation d'une courbe asymptotique, poids stationnaire

Dans l'exemple présenté ici (Figure 7), l'échantillon a atteint un état stationnaire et le critère d'arrêt automatique est obtenu. Si la valeur finale obtenue est inférieure à la valeur attendue, cela indique que la température n'est pas assez élevée pour libérer toute l'humidité liée ; il faut augmenter la température et répéter la mesure jusqu'à ce qu'une température optimale soit atteinte. Inversement, si la valeur résultante est trop élevée, cela peut indiquer que l'échantillon a changé de composition (combustion) ; il faut baisser la température et répéter la mesure. Il est important d'inspecter visuellement l'échantillon pour déterminer si une combustion ou une carbonisation a eu lieu.

Dans d'autres cas, les échantillons peuvent ne jamais atteindre un poids constant au cours du processus de séchage. On obtient alors un profil de séchage similaire à celui illustré à la figure 8. Ce type de courbe met en évidence un échantillon qui subit une décomposition thermique ou une évaporation continue des composés volatils. Dans ce cas, l'optimisation peut nécessiter de baisser le profil de température utilisé pour le séchage. Un arrêt de type Programmé et un poids initial constant de l'échantillon améliorent la reproductibilité.

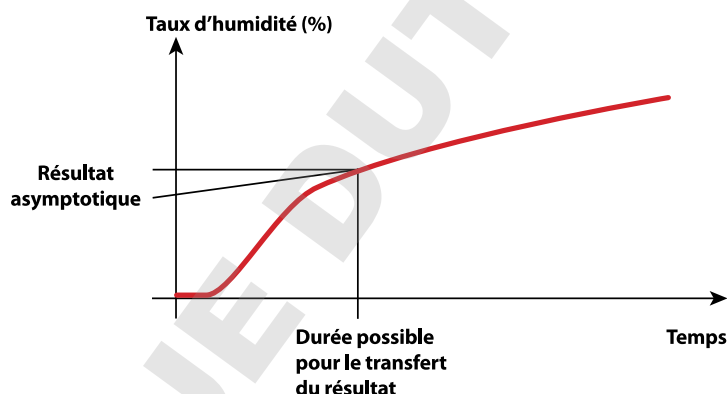


Figure 7. Représentation d'une courbe de séchage pour lequel un poids constant n'est pas atteint

Dans certains cas, il peut être nécessaire de déterminer le taux d'humidité en utilisant uniquement le dessiccateur (p. ex., aucune valeur de référence donnée ou pouvant être mesurée). Le cas échéant, la mise au point de la méthode doit être effectué conformément à ce qui a été décrit ci-dessus, avec comme objectif d'atteindre la durée de séchage la plus rapide et d'obtenir les résultats les plus répétables possible. Plusieurs mesures doivent être faites pour identifier et valider une méthode solide. Veuillez noter que le résultat peut ne pas indiquer le taux d'humidité réel, mais peut plutôt avoir un rôle d'analogie ou d'intermédiaire pour la détermination du taux d'humidité (p. ex., bien que la valeur finale ne représente pas le taux complet et réel d'humidité, les variations du taux d'humidité réel d'un échantillon peuvent être détectées).

Conformité BPL/ISO de votre dessiccateur

Pour rester compétitif, les contrôles qualité sont essentiels pour la plupart des entreprises, et le dessiccateur est une partie importante de votre système de contrôle de la qualité. L'OHAUS MB120 est conçu pour être facilement intégré dans un système général de gestion de la qualité du type BPL/BPF ou pour être intégré à votre organisation afin de respecter une norme telle que l'ISO9000. Les exigences de BPL et les normes ISO exigent une documentation traçable de tous les réglages/de toutes les procédures de calibration et de tous les tests qui sont effectués sur un appareil de mesure.

La partie pesage de tout dessiccateur OHAUS peut être réglée conformément à la procédure décrite dans le manuel et en utilisant un poids certifié.

La partie chauffage et la partie mesure de la température de l'analyseur peuvent également être réglées en utilisant une procédure spécifique aux dessiccateurs. La partie chauffage peut être réglée en suivant la procédure décrite dans le mode d'emploi. Cette procédure peut être effectuée en utilisant un thermomètre calibré pour s'assurer que le taux d'humidité est toujours déterminé selon les mêmes conditions, indépendamment de l'emplacement.

Ces réglages peuvent être documentés en utilisant le logiciel du produit et une imprimante branchée.

-DÉTERMINATION DE L'HUMIDITÉ-
Dessiccateur à halogène
de type MB120
SNR (unité de séchage) B550824411
SNR (terminal)
SW (unité de séchage) 1,20
SW (terminal) 1.01.01
Nom de la méthode
Prog séchage BISCUITS Standard
Temp. séchage 160 °C
Arrêt Free (1 mg/20 s)
Poids de départ 1,917 g
00:00 min 0,00 % Tx humid.
00:30 min 12,05 % Tx humid.
01:00 min 27,07 % Tx humid.
01:30 min 39,49 % Tx humid.
02:00 min 51,80 % Tx humid.
02:30 min 63,33 % Tx humid.
03:00 min 71,94 % Tx humid.
03:30 min 77,31 % Tx humid.
04:00 min 80,18 % Tx humid.
04:30 min 81,06 % Tx humid.
04:35 min 81,06 % Tx humid.
Durée totale 4:37 min
Résultat final 81,06 %
Tx humid. Ident. échant. :
.....
Signature:
.....
Feb 23 2016 09:35
----- END -----

Figure 8. Un exemple d'impression à la fin d'un test



5. Nettoyage et maintenance

Maintenir votre dessiccateur propre et calibré permet de s'assurer que l'unité fonctionne de manière optimale et que les résultats sont aussi cohérents que possible. Il est important de vérifier que toutes les surfaces de la chambre de chauffage sont exemptes de poussières et de débris provenant des mesures précédentes. Maintenez la zone autour de la coupelle dans un bon état de propreté en retirant la cage pour la vider lorsque cela est nécessaire. Un agent de nettoyage doux est recommandé pour essuyer toutes les surfaces. Sur les analyseurs MB90 et MB120, il est possible de retirer le verre protecteur situé sous l'élément de chauffage pour un nettoyage facile (aucun outil nécessaire), pour qu'une quantité constante d'énergie soit transférée uniformément à l'échantillon.

Annexe A – Méthodes selon les échantillons

Tableau des applications – Méthodes selon les échantillons

Le tableau ci-dessous a été établi en utilisant le dessiccateur MB45. Un mélange représentatif d'échantillons de différents domaines d'activité a été testé pour déterminer leur taux d'humidité. La préparation des échantillons, les programmes de chauffage, les critères d'arrêt et le taux (en pourcentage) d'humidité final y sont définis. Ce tableau peut servir de point de référence lors de la détermination de programmes de travail pour vos échantillons. Nous recommandons l'optimisation des programmes pour vos besoins spécifiques.

Échantillon	Poids cible	Méthode de prép.
(%) Aliments secs		
Farine	3 g	en l'état, bien mélangé
Semoule de maïs	3 g	en l'état, bien mélangé
Poudre de cacao	3 g	en l'état, bien mélangé
Mélange crêpes	3 g	en l'état, bien mélangé
Mélange gâteaux	3 g	en l'état, bien mélangé
Lait en poudre	3 g	en l'état, bien mélangé
Café instantané	3 g	en l'état, bien mélangé
Sirops de sucre		
Miel	1 g	entre 2 blocs
Mélasses	1 g	entre 2 blocs
Sirop de maïs	1 g	entre 2 blocs
Produits finis cuits/frits		
Gâteau	3 g	Mélange uniforme de chapelure
Biscuit apéritif	3 g	Concassé uniforme de chapelure
Biscuit sucré	5 g	Concassé uniforme de chapelure
Chips de pommes de terre	3 g	petits morceaux
Arachides grillées	3 g	concassé, 15 sec.
Aliments divers		
Carotte	3 g	râpée
Légumes déshydratés	2 g	en l'état
Herbes sèches	1 g	en l'état
Crème dessert	2 g	entre 2 blocs
Assaisonnement salade	3 g	versé sur le bloc en fibres de verre
Assaisonnement salade	2 g	entre 2 blocs
Alimentation animale/céréales		
Croquettes pour chiens	5 g	concassé, 30 sec.
Granulés alimentation animale	5 g	concassé, 30 sec.
Pop-corn	5 g	concassé, 30 sec.
Graines de seigle	5 g	concassé, 45 sec.
Produits d'hygiène corporelle		
Savon mains liquide	1 g	fine couche versée sur le bloc en fibres de verre
Savonnette	2 g	en paillettes dans le plateau
Dentifrice	1 g	fine couche versée sur le bloc en fibres de verre
Crème pour la peau	1 g	fine couche versée sur le bloc en fibres de verre
Stick déodorant	2 g	en paillettes dans le plateau
Détergent en poudre	3 g	en l'état
Aliments		
Peinture latex	1 g	entre 2 blocs
Colle à bois	1 g	fine couche versée sur le bloc en fibres de verre
Mortier	3 g	en l'état
Terreau	3 g	en l'état

Profil de chauffage	Critère d'arrêt	Temps	Tx humid. (%)	Valeur de p (%)
rapide, 130°C	A/60	4 min.	13.4	0.11
rapide, 130°C	A/60	4 min.	12.5	0.15
standard, 160°C	programmé	5 min.	7.4	0.12
standard, 160°C	programmé	5 min.	12.4	0.07
standard, 140°C	manuel	4 min.	5.2	0.09
rapide, 80°C	manuel	4 min.	3.7	0.2
standard, 95°C	A/30	5 min.	14.5	0.06
étape, 130°C 5 min., 110°C 3 min.	programmé	8 min.	16.1	0.07
étape, 130°C 5 min., 110°C 3 min.	programmé	8 min.	21.7	0.48
étape, 140°C 3 min., 110°C 6 min.	A/30	9 min.	21.7	0.1
étape, 140°C 3 min., 110°C 4 min.	A/30	7 min.	33.6	0.2
rapide, 80°C	A/60	4 min.	3.7	0.04
rapide, 95°C	programmé	4 min.	5.3	0.03
standard, 95°C	A/30	2 min.	0.78	0.08
standard, 95°C	programmé	5 min.	1.3	0.04
étape, 180°C 3min, 120°C 3 min.	A/30	18 min.	89.4	0.08
rapide, 80°C	A/30	3 min.	2.4	0.01
standard, 110°C	A/30	2 min.	9.8	0.04
étape, 180°C 3min, 120°C 3 min.	A/30	15 min.	71	0.1
étape, 180°C 3min, 120°C 3 min.	manuel	4 min.	34.9	0.95
rapide, 130°C	A/30	10 min.	72.6	0.14
rapide, 80°C	programmé	4 min.	5.8	0.08
rapide, 110°C	programmé	4 min.	11.3	0.13
rapide, 110°C	programmé	4 min.	10.2	0.04
rapide, 110°C	programmé	4 min.	10.6	0.21
étape 180°C 3 min., 120°C 1 min.	A/30	4 min.	82	0.09
standard, 110°C	A/30	7 min.	9.74	0.21
rapide, 130°C	A/30	3 min.	34.7	0.03
étape, 180°C 3 min., 120°C 8 min.	A/30	11 min.	87.7	0.35
standard, 110°C	A/30	9 min.	36.7	0.4
rapide, 110°C	A/30	3 min.	6.2	0.22
rapide, 170°C	A/30	5 min.	58.3	0.26
standard, 135°C	A/30	7 min.	52.9	0.42
rapide, 200°C	A/30	1 min.	1.73	0.04
rapide, 200°C	manuel	5 min.	68.9	0.66

Résolution des problèmes

Le tableau ci-dessous fournit des solutions possibles à des problèmes qui peuvent survenir en utilisant le MB45.

Problème	Solutions possibles
L'échantillon brûle au cours de l'analyse.	<ul style="list-style-type: none">• Réduisez la température.• Essayez le programme Étape ou Rampe pour contrôler la température.• Diminuez le temps de fonctionnement/l'exposition à la chaleur.• Protégez l'échantillon en le recouvrant d'un bloc de fibres de verre.
La durée de l'analyse est trop longue.	<ul style="list-style-type: none">• Augmentez la température de séchage.• Utilisez le programme Rapide ou Étape.• Diminuez la taille de l'échantillon.• Augmentez la taille de la surface en utilisant un bloc de fibres de verre.
Les résultats ne sont pas précis.	<ul style="list-style-type: none">• Augmentez le poids de l'échantillon (% Tx humid. bas).• Abaissez le poids de l'échantillon (% Tx humid. élevé).• Essayez le critère d'arrêt automatique.• Contrôlez le profil de séchage à poids constant.• Assurez-vous de l'homogénéité de l'échantillon.
Les résultats ne sont pas reproductibles.	<ul style="list-style-type: none">• Assurez-vous que la préparation des échantillons est uniforme et qu'elle n'a pas d'influence sur l'échantillon.• Essayez le critère d'arrêt automatique.• Évaluez le profil de séchage, si l'échantillon se consume ou s'il ne
L'échantillon perd du poids au cours du pesage.	<ul style="list-style-type: none">• Laissez l'instrument se refroidir entre les mesures.• Ajoutez l'échantillon dans le plateau de séchage à l'écart de l'unité de séchage.
Un poids constant n'est pas obtenu pour l'échantillon au cours du séchage.	<ul style="list-style-type: none">• Utilisez le critère d'arrêt Programmé.• Abaissez la température de séchage.
L'échantillon fond au cours du chauffage.	<ul style="list-style-type: none">• Utilisez un bloc de fibres de verre.
L'échantillon a faible taux d'humidité.	<ul style="list-style-type: none">• Augmentez la taille de l'échantillon.
L'échantillon contient des matériaux inflammables.	<ul style="list-style-type: none">• Suivez les instructions de sécurité dans le mode d'emploi.

Conseils supplémentaires pour l'utilisation d'un dessiccateur

Les dessiccateurs de la série MB de OHAUS sont d'excellents outils pour les analyses de routine en environnement de production. Ces instruments sont robustes et simples d'utilisation, et ils fournissent rapidement des données fiables. Ces appareils peuvent également être utilisés en laboratoire de recherches comme outil d'investigation pour des études scientifiques de base. Certaines précautions doivent être prises pour s'assurer que les mesures faites avec ces appareils sont reproductibles et aussi précises que possible. Voici quelques suggestions pour le contrôle des variables opérationnelles des dessiccateurs :

- Laissez l'appareil se refroidir correctement entre deux tests d'échantillons. Si la machine est restée très chaude depuis le test précédent, cela peut avoir un impact négatif sur la lecture du poids initial de l'échantillon et provoquer une inexactitude de pourcentage final du taux d'humidité.
- Maintenez constant le poids de démarrage du matériau de test. Étant donné que la lecture finale (poids) est un facteur du processus de séchage, de la constance dans le poids de démarrage minimise les différences dues aux paramètres physiques de l'introduction des échantillons et du profil de séchage.
- Lorsque cela est possible, essayez de contrôler l'environnement du laboratoire. Pour les échantillons extrêmement sensibles ou pour les cas pour lesquels la sensibilité de lecture est essentielle, il faut envisager de travailler dans un caisson environnemental où la température et l'humidité sont étroitement contrôlées. De manière générale, il vaut mieux configurer l'instrument dans une zone exempte de fenêtres pour minimiser l'exposition aux extrêmes de températures, aux courants d'air et à d'autres conditions environnementales.

Étude de cas no 1 : homogénéité de l'échantillon

L'étude de cas ci-dessous illustre la nécessité de l'homogénéité de l'échantillon. Dans cet exemple, on a évalué le % d'humidité dans un échantillon de gâteau de type génoise. Des morceaux de gâteau ont été prélevés de manière aléatoire sur le gâteau, puis émiettés et répartis sur le plateau de pesage. Les échantillons ont été séchés en utilisant un profil Étape (140 °C 3 min, 110 °C jusqu'à ce qu'il soit sec). La fin du processus a été déterminée par un arrêt automatique (A30).

Résultats pour les trois premières analyses :

pour les trois premières analyses :

Taux d'humidité (%) = 35,03 - 36,05 - 32,95 Valeur moyenne = 34,68

Écart type = 1,58

Les résultats du test se sont révélés extrêmement dispersés, avec un écart type très élevé. L'évaluation de la courbe de séchage et du produit final après le séchage a montré qu'il y a eu un séchage suffisant sans décomposition de l'échantillon. Cela laisse penser que le profil de température était approprié pour le gâteau et que le problème était peut-être dû à des discordances au sein même de l'échantillon. Un nouvel échantillon a été préparé en utilisant une section croisée du gâteau bien représentative qui a été sectionnée en petits morceaux puis bien mélangés. Une seconde série d'analyses a été effectuée sur ce mélange plus homogène de l'échantillon de gâteau.

Voici ci-dessous les résultats de la seconde série d'analyses utilisant un échantillon de gâteau homogène :

Taux d'humidité (%) = 33,60 - 33,83 - 33,42

Valeur moyenne = 33,62

Écart-type = 0,2

Les données obtenues à partir de ces échantillons s'avèrent être plus répétables avec un écart type compris dans l'intervalle de travail de l'instrument.

Références

Hamburg, Morris. Basic Statistics 3rd edition. Harcourt Brace Jovanovich Inc., 1985.

"Electronic Spectrum." NASA Observatorium-Reference Module, 1999.

"Elementary Concepts of Statistics." Electronic Textbook Statsoft, 1999.

Fennema, Owen. "Water and Ice." Food Chemistry 2nd. Marcel Dekker, Inc., 1985.

"Methods of Moisture Content Determination." Mettler Toledo, 1998.



OHAUS Europe GmbH

OHAUS fournit une ligne étendue de balances mécaniques et électroniques répondant pratiquement à tout besoin de pesage. La société est un des leader mondiaux au sein des laboratoires, de l'industrie et des milieux scolaires ainsi que sur certains marchés spécialisés, comme l'industrie agro-alimentaire, le secteur pharmaceutique et la bijouterie. Les produits OHAUS sont précis, fiables, abordables et bénéficient d'un support client efficace.

OHAUS Europe GmbH

Im Langacher 44
8606 Greifensee
Switzerland
e-mail: ssc@ohaus.com
Tel: 0041 22 567 53 19
e-mail: tsc@ohaus.com
Tel: 0041 22 567 53 20

www.ohaus.com

*Avec des bureaux en Europe,
en Asie et en Amérique latine*

ISO 9001:2008

Systeme d'assurance
qualite agree
CH11C058