



**METTLER TOLEDO**

**Mettler-Toledo GmbH**  
CH-8606 Greifensee, Switzerland  
Tel. (01) 944 22 11, Fax (01) 944 30 60  
Internet: <http://www.mt.com>

**B n.v. Mettler-Toledo s.a.**  
Frans Walravensstraat, 84, B-1651 Lot  
Tel. (02) 334 02 11  
Fax (02) 378 16 65

**CH Mettler-Toledo (Schweiz) AG**  
Postfach, CH-8606 Greifensee  
Tel. (01) 944 45 45  
Fax (01) 944 45 10

**F Mettler-Toledo s.a.**  
B.P. 14, 18-20, av. de la Pépinière  
F-78220 Viroflay  
Tel. (1) 30 97 17 17  
Fax (1) 30 97 16 16

**sFr. 12.-**

Sous réserve de modifications techniques  
© 02/2002 Mettler-Toledo GmbH  
Printed in Switzerland 11795012  
MCG MarCom Greifensee



**METTLER TOLEDO protège l'environnement.**  
Cette brochure est imprimée sur papier  
recyclé sans chlore.

Brochure d'application

METTLER TOLEDO Détermination du taux d'humidité

Méthodes de  
détermination du  
taux d'humidité

Halogen Moisture  
Analyzer  
METTLER TOLEDO



## Structure et contenu de cette brochure

Cette brochure s'adresse aux personnes qui s'occupent de déterminer le taux d'humidité de substances. Elle aide le lecteur à choisir la méthode de mesure appropriée.

La brochure contient des tableaux clairs permettant de trouver rapidement des solutions avec le Halogen Moisture Analyzer HR73 ou HG53 de METTLER TOLEDO.

La première partie de la brochure décrit les principes des méthodes courantes de détermination du taux d'humidité. La description des points forts et des points faibles des différentes méthodes facilite l'évaluation de la méthode appropriée.

La seconde partie porte sur les applications du Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO. Elle décrit la prise d'échantillon, la préparation des échantillons, ainsi que l'adaptation optimale des paramètres de séchage en fonction des différents problèmes posés. Quelques exemples de cas montrent de manière exemplaire, comment un paramétrage optimal des appareils peut être trouvé. En outre, il est démontré comment les valeurs de mesure d'humidité d'un échantillon qui ont été déterminées à l'aide d'une méthode de référence (p. ex. étuve) peuvent être obtenues bien plus rapidement à l'aide d'un Halogen Moisture Analyzer. Ce chapitre est complété par quelques exemples d'applications développées par METTLER TOLEDO et des instructions pour l'intégration des Halogen Moisture Analyzer dans un environnement informatique.

Cette seconde partie se concentre sur les applications du Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO. Le représentant local de METTLER TOLEDO vous conseillera volontiers pour d'autres méthodes de détermination.

# Sommaire

<b>1.</b>	<b>Introduction</b>	<b>4</b>
<b>2.</b>	<b>Méthodes de détermination du taux d'humidité</b>	<b>8</b>
2.1	Méthodes thermogravimétriques	10
2.2	Méthodes chimiques	16
2.3	Méthodes spectrométriques	17
2.4	Autres méthodes	21
2.5	Tableau synoptique des méthodes de détermination du taux d'humidité	25
2.6	Notions météorologiques	26
2.7	Comparabilité des méthodes	28
<b>3.</b>	<b>Les solutions proposées par METTLER TOLEDO</b>	<b>29</b>
3.1	Les méthodes et la gamme de produits METTLER TOLEDO	29
<b>4.</b>	<b>Description du Halogen Moisture Analyzer</b>	<b>31</b>
<b>5.</b>	<b>Détermination du taux d'humidité par le Halogen Moisture Analyzer</b>	<b>34</b>
5.1	L'opération de séchage	34
5.2	Prélèvement et préparation des échantillons	35
5.3	Le développement d'une méthode pour le Halogen Moisture Analyzer	40
5.4	Démarche schématique pour développer une méthode	50
5.5	Exemple pratique	51
5.6	Obtention de résultats concordants avec une méthode de référence	53
5.7	Que faire, si	58
5.8	Exemples d'applications	59
<b>6.</b>	<b>Sécurité</b>	<b>63</b>
<b>7.</b>	<b>Protection de l'environnement</b>	<b>64</b>
<b>8.</b>	<b>Systèmes qualité</b>	<b>64</b>
<b>9.</b>	<b>Bibliographie</b>	<b>67</b>

## 1. Introduction

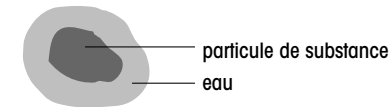
### L'humidité, qu'est-ce?

Il n'existe pas de définition universelle pour le terme d'humidité. La définition est souvent influencée par le principe physique de mesure utilisé pour déterminer l'humidité. Le paragraphe suivant décrit l'humidité dans le cadre des méthodes de détermination thermiques (séchage).

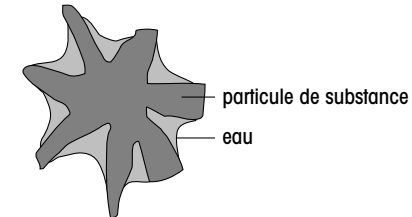
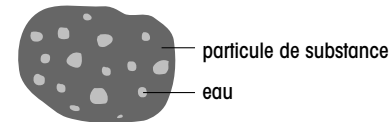
### Définition

L'humidité d'une matière englobe toutes les substances qui s'évaporent par chauffage en entraînant une perte de poids de l'échan-

#### Eau en surface



#### Eau dans les pores ou capillaires



#### Eau de cristallisation

Plâtre:  $\text{Ca SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

illon. La perte de poids est mesurée par une balance et interprétée comme taux d'humidité. Par conséquent, cette notion d'humidité concerne outre l'eau, d'autres pertes de masses comme les solvants organiques, alcools, graisses, huiles, composants aromatiques et produits de décomposition et de combustion, évaporés.

**Les différents types de liaison de l'humidité**

Lors de la détermination du taux d'humidité, il est à considérer que l'eau peut être différemment liée à des substances solides, à savoir, par ordre de force de liaison croissante:

- comme eau libre à la surface de la substance échantillon,
- comme eau dans les pores, cavités ou capillaires de la substance échantillon,
- comme eau adhérant à la surface de macromolécules polaires,
- comme eau de cristallisation incluse entre les ions du réseau ou en coordinence avec les ions.

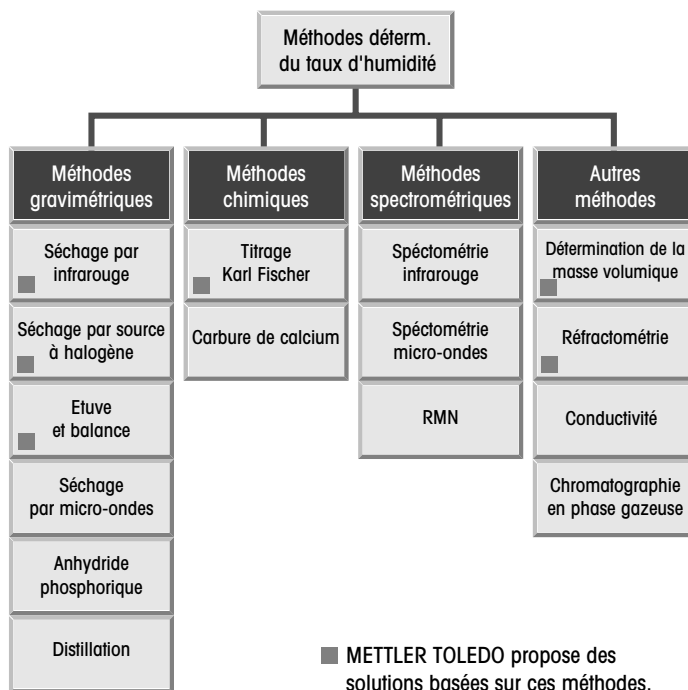
L'eau de cristallisation ainsi que l'eau adhérente ne peut parfois être chassée par des méthodes thermiques que moyennant décomposition simultanée du produit.

## Choix de la méthode de mesure appropriée

Le choix de la méthode de mesure appropriée dépend essentiellement des facteurs suivants:

- précision, plage de mesure, répétabilité, sensibilité nécessaires,
- nature de la liaison de l'eau,
- information souhaitée: teneur en eau ou taux d'humidité,
- vitesse de mesure,
- quantité d'échantillon,
- propriétés physiques de l'échantillon (par exemple température de décomposition),
- budget,
- simplicité (mise en oeuvre ou fonctionnalité),
- ordonnances légales (méthodes de référence),
- possibilités d'automatisation,
- possibilité d'étalonnage.

**Pourquoi mesurer le** La plupart des produits naturels présentent une certaine humidité.



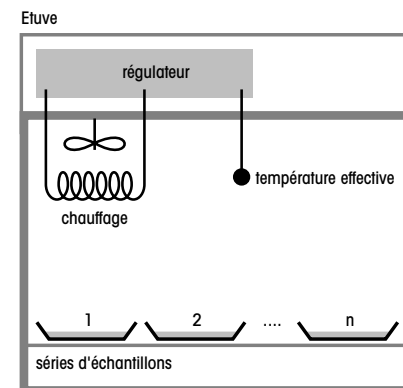
**taux d'humidité ou** La teneur en eau proprement dite est rarement la valeur recher-

Méthode	Forces	Faiblesses
Etuve	méthode de référence plusieurs échantillons mesurables simultanément possibilité de peser de grandes quantités d'échantillon	durée de détermination typique de l'ordre d'une heure décomposition de l'échantillon possible substances autres que l'eau s'évaporent manipulation laborieuse avec sources d'erreurs
Séchage par infrarouge	durée de mesure typique 5...15 min possibilité de peser de grandes quantités d'échantillon manipulation simple, méthode simple solution compacte	décomposition de l'échantillon possible substances autres que l'eau s'évaporent
Séchage par source à halogène	rapide, durée de mesure typique 2...10 min possibilité de peser de grandes quantités d'échantillon manipulation simple, méthode simple applications multiples, solution compacte	décomposition de l'échantillon possible substances autres que l'eau s'évaporent
Séchage par micro-ondes	rapide, durée de détermination typique 2...5 min possibilité de peser de grandes quantités d'échantillon	décomposition de l'échantillon possible délicate pour substances contenant peu d'humidité contrôle de la température très moyen
Distillation	économique	solvant souvent nécessaire (environnement) précision très moyenne des résultats
Titrages Karl Fischer: coulométrique	méthode de référence précise convient à l'analyse des traces, détection de l'eau	il faut adapter la technique de mesure à chaque échantillon
volumétrique	méthode de référence précise, détection de l'eau	Il faut adapter la technique de mesure à chaque échantillon
Carbone de calcium	économique	formation de produits explosibles personnel qualifié nécessaire
Spectrométrie infrarouge	durée de mesure très courte mesures en continu possibles	calibrage spécifique de la substance nécessaire détecte uniquement l'humidité de surface influence de la texture du matériau influence de la température, granulométrie
Spectrométrie micro-ondes	durée de mesure très courte mesures en continu possibles	calibrage spécifique de la substance nécessaire effets perturbateurs densité apparente, granulométrie
Spectrométrie RMN	courte durée de mesure permet l'analyse de plusieurs composants détermination de la structure	calibrage nécessaire appareillage complexe, coûteuse, personnel qualifié seulement petites quantités d'échantillon détecte également les atomes d'hydrogène autres que ceux de l'humidité
Chromatographie en phase gazeuse	convient pour déterminer plusieurs composants	personnel qualifié, coûteuse
Conductimétrie	méthode rapide, portable	calibrage spécifique de l'échantillon nécessaire
Réfractométrie	méthode rapide, peu coûteuse, mobile	seulement pour échantillons relativement simples
Masse volumique	méthode rapide, peu coûteuse, mobile	seulement pour échantillons relativement simples

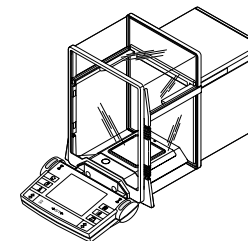
- la teneur en eau?** chée. Elle indique plutôt si un produit destiné à la production et à la vente possède les propriétés voulues, comme par exemple:
- possibilité de stockage,
  - formation de grumeaux pour les poudres,
  - stabilité microbiologique,
  - propriétés d'écoulement, viscosité,
  - poids sec,
  - concentration ou degré de pureté,
  - qualité commerciale (respect de la qualité convenue),
  - valeur nutritive du produit,
  - conformité légale (ordonnance sur les denrées alimentaires).

Le commerce et l'industrie s'intéressent au poids sec des produits commerciaux. Le prix du produit inclut l'eau qu'il contient. Les ordonnances légales ainsi que les déclarations de produit définissent la différence entre l'humidité naturelle du produit et une humidité rajoutée.

Les déterminations du taux d'humidité doivent pouvoir être effectuées rapidement et de manière fiable afin de pouvoir intervenir, le cas échéant, dans le procédé de fabrication et d'éviter des interruptions de production prolongées. Par conséquent, en vue d'assurer la qualité de leurs produits, de nombreux fabricants déterminent directement dans la ligne de production le taux d'humidité des matières premières, des produits intermédiaires et finis.



balance d'analyse pour peser les échantillons avant et après traitement



## 2. Méthodes de détermination du taux d'humidité

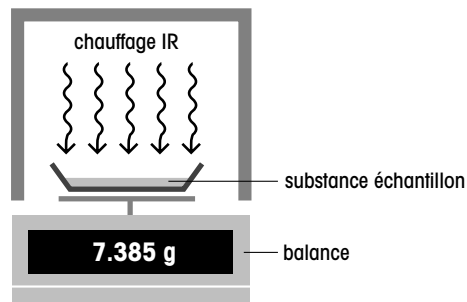
Le taux d'humidité influence les propriétés physiques d'une substance, telles le poids, la masse volumique, la viscosité, l'indice de réfraction, la conductivité électrique et bien d'autres encore. Au fil des ans, diverses méthodes furent développées pour mesurer ces grandeurs physiques et les convertir en taux d'humidité.

En fonction du principe de mesure utilisé, les méthodes de mesure peuvent être regroupées sous les catégories rationnelles suivantes:

- méthodes thermogravimétriques,
- méthodes chimiques,
- méthodes spectrométriques,
- autres.

### Forces et faiblesses des différentes méthodes

#### 2.1 Méthodes thermogravimétriques



#### Principe

Les méthodes thermogravimétriques sont des méthodes de pesage-séchage, où les échantillons sont séchés jusqu'à ce qu'ils atteignent un poids stable. La perte de masse est interprétée comme humidité libérée.

Le séchage se termine lorsque le poids atteint un équilibre, c'est-à-dire lorsque la pression de vapeur de la substance humide équivaut à la pression de vapeur ambiante. Plus basse est cette pres-

sion de vapeur ambiante, moins il restera d'humidité dans la substance à l'équilibre. En réduisant la pression, on abaisse la pression de vapeur ambiante et on renforce ainsi le séchage.

#### Facteurs influents

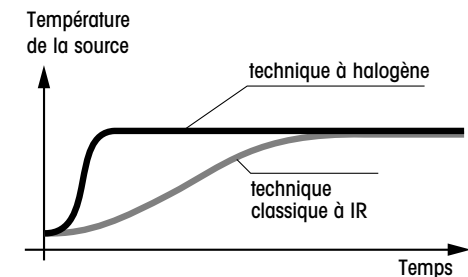
Pour obtenir des valeurs reproductibles du taux d'humidité par détermination thermogravimétrique, la température de séchage et la durée de séchage sont d'une grande importance. Elles influencent le résultat de mesure. L'influence de la pression atmosphérique et de l'humidité de l'air est d'importance secondaire, mais il doit en être tenu compte en cas d'analyses très précises.

#### Signification

Les méthodes thermogravimétriques sont les méthodes de détermination classiques. Pour des raisons historiques, elles figurent souvent dans les lois (ordonnance sur les denrées alimentaires, etc.).

#### Limitation

Les méthodes thermogravimétriques déterminent toujours l'humidi-

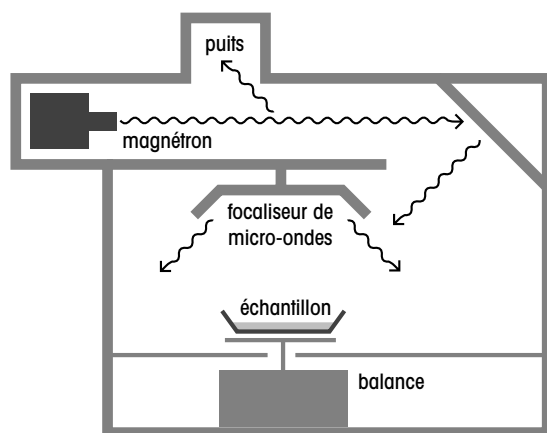


dité comme elle a été définie dans l'introduction. Elles ne font donc pas la distinction entre l'eau et les autres composants volatils des échantillons analysés.

#### Application

Les méthodes thermogravimétriques conviennent pratiquement à

toutes les substances supportant une certaine température et présentant un taux d'humidité supérieur à 0,1%.



### 2.1.1 Etuve

#### Principe

Un échantillon est séché par circulation d'air chaud. Pour intensifier les conditions de séchage ou ménager les substances sensibles à la chaleur, le séchage s'effectue souvent sous vide. Le taux d'humidité est obtenu par pesée différentielle avant et après le séchage.

#### Signification

La méthode de l'étuve est la technique de référence imposée pour de nombreuses substances. Elle a une bonne reproductibilité. Cette méthode est souvent citée par les lois sur les denrées alimentaires.

#### Avantages

L'avantage de la méthode classique de l'étuve réside dans le grand nombre d'échantillons qui peuvent être analysés simultanément. Elle offre de plus la possibilité d'étudier de grandes quantités d'échantillon, ce qui est un avantage pour les substances inhomogènes.

#### Inconvénients

L'inconvénient de cette méthode est la manipulation laborieuse ainsi que la longue durée de mesure (de l'ordre de plusieurs heures). Afin d'obtenir des durées de mesure plus courtes, on préfère souvent de nos jours utiliser des dessiccateurs à infrarouge ou à micro-ondes.

Des erreurs systématiques importantes se manifestent lorsque l'échantillon est hygroscopique et absorbe l'humidité de l'air après le séchage et avant de pouvoir être pesé. Cet effet peut être éliminé dans les dessiccateurs modernes à balance incorporée qui permettent simultanément de peser et de sécher.

#### Applications

Vérification de la conformité légale (denrées alimentaires) des substances.

Procédé de référence pour étalonner d'autres méthodes.

METTLER TOLEDO propose pour cette méthode, une gamme complète de balances d'analyse et de précision, ainsi qu'une palette de logiciels et de systèmes d'identification des échantillons, pour la simplification des processus.

### 2.1.2 Séchage par infrarouge

**Principe** Au lieu d'air chaud, cette méthode utilise un rayonnement direct infrarouge pour sécher l'échantillon. Le rayonnement infrarouge est absorbé par l'échantillon. L'énergie absorbée provoque l'échauffement souhaité de la substance.

**Avantages** Les avantages essentiels de cette méthode sont la simplicité de son principe et la rapidité du séchage. Les résultats de mesure sont obtenus après quelques minutes. Les dessiccateurs à infrarouge sont proposés avec balance intégrée; ils sont très compacts et robustes.

**Inconvénients** Outre l'eau, d'autres substances peuvent s'évaporer.

### 2.1.3 Séchage par source à halogène

**Principe** Cette méthode est dérivée du séchage par infrarouge. La technique employée repose sur le principe nouveau des lampes à halogène.

**Avantages** La construction compacte des lampes à halogène permet d'atteindre très rapidement la température voulue et de la contrôler avec précision. En règle générale, le résultat de mesure est obtenu plus rapidement qu'avec les méthodes traditionnelles et la distribution de chaleur dans l'échantillon est plus homogène. Le rayonnement thermique uniforme sur l'échantillon, combiné à une régulation précise de la température conduit à des résultats de mesure d'une reproductibilité exceptionnelle. Les Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO sont équipés d'une source de rayonnement de cette technologie. Il est alors possible d'obtenir des résultats de mesure précis en l'espace de 3 à 10 minutes, selon l'échantillon et la teneur en humidité.

**Inconvénients** La méthode peut entraîner une décomposition de l'échantillon, comme d'ailleurs toutes les méthodes thermiques. Outre l'eau, d'autres substances peuvent s'évaporer.

### 2.1.4 Séchage par micro-ondes

**Principe** Ce procédé repose sur l'absorption des micro-ondes par les molécules d'eau de l'échantillon. Cette absorption dégage de la chaleur qui évapore les composants volatils.

**Limitations** La grandeur mesurée ici est également la totalité des composants volatils. Elle est déterminée par pesage, avant et après séchage. Contrairement aux fours à micro-ondes peu coûteux pour l'usage ménager, les appareils professionnels sont soumis à des exigences plus sévères. En effet, il est important de veiller à la répartition uniforme des micro-ondes et au réglage de la puissance car, en cas de régulation imprécise, l'échantillon pourrait être surchauffé de manière incontrôlée.

Cette méthode est inappropriée pour les substances non polaires à faible teneur en eau (<2%), car ces échantillons manquent de substances absorbant les micro-ondes et donc de générateurs de chaleur.

**Avantages** Méthode de mesure rapide.  
Permet d'utiliser de grandes quantités d'échantillon.

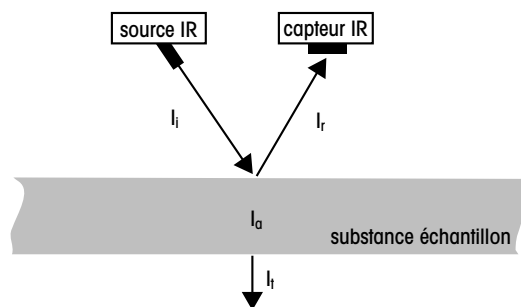
**Inconvénients** Une détermination sélective de l'eau n'est pas possible, car la conduction de la chaleur par l'échantillon échauffe et évapore également d'autres substances.  
Contrôle de température moyen et risque de décomposition de l'échantillon. Problématique pour les substances contenant peu d'humidité.

### 2.1.5 Méthode de l'anhydride phosphorique

**Principe** L'échantillon humide est placé dans un système fermé où se trouve également de l'anhydride phosphorique absorbant de l'eau. La vapeur d'eau dégagée par échauffement de l'échantillon est immédiatement et complètement fixée par l'anhydride phosphorique. L'augmentation de poids de l'anhydride phosphorique est la mesure de la teneur en eau de l'échantillon. Parfois on mesure également la variation de conductivité de l'anhydride phosphorique et l'exprime en taux d'humidité. METTLER TOLEDO propose pour cette méthode une gamme complète de balances d'analyse et de précision, ainsi qu'une palette de logiciels et de systèmes d'identification des échantillons, pour la simplification des processus.

### 2.1.6 Distillation

<b>Principe</b>	<p>La fraction d'humidité extraite de l'échantillon par la chaleur est exprimée en masse ou en volume.</p> <p>Le plus souvent, un solvant organique insoluble dans l'eau (par exemple toluène, xylène) est ajouté aux échantillons solides avant la distillation. Ce solvant constitue avec l'eau un mélange azéotrope qui bout à une température inférieure à 100 °C. Après refroidissement, les deux composants liquides se séparent. La fraction eau est déterminée volumétriquement, ou par pesage, après décantation du solvant dans une ampoule à décanter.</p>
<b>Avantage</b>	Méthode économique.
<b>Inconvénients</b>	<p>Précision moyenne.</p> <p>Les solvants nécessaires sont souvent des polluants potentiels de l'environnement.</p>



- $I_i$  intensité IR incidente
- $I_r$  intensité IR réfléchie
- $I_a$  intensité IR absorbée par l'échantillon
- $I_t$  intensité IR transmise par l'échantillon

## 2.2 Méthodes chimiques

### 2.2.1 Titrages Karl Fischer

<b>Principe</b>	La méthode Karl Fischer sert de méthode de référence pour de nom-
-----------------	---

breuses substances. Il s'agit d'un procédé de chimie analytique reposant sur l'oxydation du dioxyde de soufre par l'iode dans une solution basique de méthanol. L'équation de principe de la réaction chimique est la suivante:



Le titrage peut se faire par volumétrie ou par coulométrie. Dans la méthode volumétrique, la solution iodée Karl Fischer est ajoutée jusqu'à l'apparition de la première trace d'un excès d'iode. La quantité d'iode consommée est donnée par le volume de solution iodée mesurée par la burette. Dans la méthode coulométrique, l'iode participant à la réaction est produit directement dans la cellule de titrage par oxydation électrochimique de l'iodure, et le titrage est également poursuivi jusqu'à l'apparition de traces d'iode non consommé. La quantité d'iode produite est calculée à partir de la quantité de courant consommée par sa production, en appliquant la loi de Faraday.

<b>Application</b>	<p>Le titrage Karl Fischer est une méthode spécifique de détermination de l'eau. Elle convient aux échantillons à fort taux d'humidité (volumétrie) comme à ceux contenant des traces d'eau de quelques ppm (coulométrie). Elle fut conçue à l'origine pour des liquides non aqueux, mais est également utilisable pour les substances solides, dans la mesure où elles sont solubles, ou lorsqu'il est possible d'en extraire l'eau par voie chimique, ou par chauffage et entraînement de la vapeur d'eau par un courant de gaz.</p>
--------------------	--

<b>Avantages</b>	Méthode de référence précise. La coulométrie permet également de détecter et de mesurer les traces d'eau.
------------------	---

<b>Limitation</b>	La méthode de travail doit être adaptée à l'échantillon en question. METTLER TOLEDO est un constructeur leader d'appareils de titrage Karl-Fischer et offre une vaste gamme d'instruments, logiciels et accessoires.
-------------------	--

### 2.2.2 Méthode du carbure de calcium

<b>Principe</b>	<p>L'échantillon humide est soigneusement mélangé à un excès de carbure de calcium. La réaction suivante a lieu:</p> $\text{CaC}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2 + \text{C}_2\text{H}_2$ <p>La quantité d'acétylène formée est déterminée par mesure du volume ou de l'augmentation de la pression dans un récipient fermé.</p>
<b>Avantage</b>	Méthode économique.
<b>Inconvénients</b>	Cette méthode nécessite un étalonnage, car l'eau contenue dans l'échantillon ne participe pas en totalité à la réaction. La formation de gaz explosibles, hydrogène ou acétylène, explique peut-être que cette méthode de détermination de l'eau n'est pas très répandue.

### 2.3 Méthodes spectrométriques

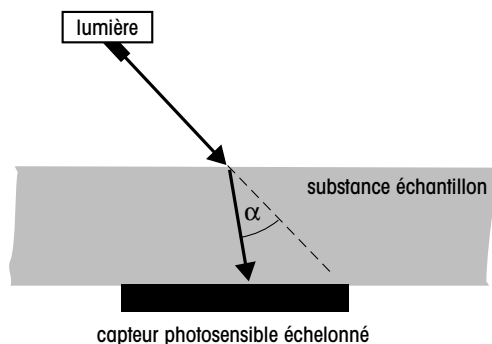
<b>Principe</b>	<p>Les méthodes spectrométriques de détermination de l'humidité sont des méthodes de mesure indirectes. Tous ces procédés nécessitent un étalonnage établissant la relation entre l'indication du spectromètre (grandeur de mesure primaire) et la valeur du taux d'humidité déterminée par une méthode de référence.</p> <p>La grandeur mesurée par le spectromètre n'est jamais fonction de la seule humidité, mais dépend encore d'autres paramètres tels que la masse volumique, la température et les propriétés du matériau.</p>
<b>Limitations</b>	Pour établir une relation inéquivoque entre humidité et grandeur physique mesurée, il faudrait maintenir tous les autres facteurs constants. Or les échantillons à étudier ne sont jamais parfaitement homogènes, ni de propriétés constantes. Leurs caractéristiques présentent par conséquent une certaine dispersion. L'étalonnage nécessite par conséquent un grand nombre d'échantillons représentatifs du cas d'application envisagé.

### 2.3.1 Spectrométrie infrarouge pour déterminer l'humidité superficielle

<b>Principe</b>	<p>Cette méthode détermine exclusivement l'humidité superficielle. L'échantillon est exposé à un rayonnement électromagnétique. L'intensité du spectre réfléchi sert de base à la détermination du taux d'humidité. La partie du spectre électromagnétique utilisée, l'infrarouge proche (IRp), est compris entre 800 et 2500 nm de longueur d'onde. Dans cette plage, l'eau triatomique (H<sub>2</sub>O) présente deux fortes bandes d'absorption aux longueurs d'onde suivantes, 1,475 <math>\mu\text{m}</math> et 1,94 <math>\mu\text{m}</math> (vibrations interatomiques). Lorsqu'un échantillon humide est exposé à une lumière de ce domaine de longueur d'onde, il absorbe une fraction de la lumière, une seconde fraction est réfléchie et une troisième fraction traverse l'échantillon (transmission). L'intensité de la lumière réfléchie est mesurée (spectre). Elle est proportionnelle (non linéairement) à la concentration en eau à la surface. Parfois, sur des échantillons minces, on mesure également le spectre transmis.</p>
-----------------	--

**Avantages** Mesure rapide, de l'ordre de quelques secondes, et possibilité d'analyser plusieurs composants et de faire des mesures en temps réel.

**Limitations** Un étalonnage préalable, en fonction de la substance, est nécessaire.



$\alpha$  dépend de la substance (indice de réfraction)

### 2.3.2 Spectrométrie micro-ondes pour déterminer l'humidité totale

**Principe** En raison de la constante diélectrique très élevée de l'eau ( $\epsilon_D = 81$ ), les micro-ondes sont fortement absorbées, réfléchies et diffractées par les substances humides. D'où la possibilité d'établir des méthodes de détermination de l'humidité basées sur des mesures de transmission, de réflexion ou de résonance (voir spectrométrie IR).

Les méthodes de transmission et de réflexion ne sont pas décrites en détail ici, car elles ne constituent qu'une variante de la méthode de détermination de l'humidité par spectrométrie IR, et présentent par conséquent des avantages et inconvénients similaires.

La méthode de résonance est une méthode de laboratoire discontinue de haute précision. L'échantillon est placé dans un résonateur creux activé par des micro-ondes. Les molécules polaires d'eau absorbent une fraction de l'énergie et modifient le champ de micro-ondes. Le décalage de la fréquence de résonance ainsi que la variation d'amplitude sont mesurables. Ce décalage est non linéairement proportionnel à la teneur en eau de la substance. La température et le poids d'échantillon doivent être connus afin de pouvoir procéder aux corrections correspondantes.

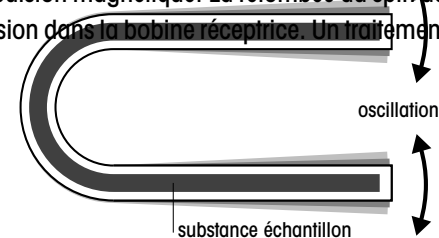
**Limitations** Aussi bien les mesures de transmission que la méthode de résonance nécessitent un étalonnage du système de mesure en fonction de la substance. Les méthodes de transmission et de réflexion permettent de faire des mesures en continu.

### 2.3.3 Spectrométrie RMN (résonance magnétique nucléaire)

**Principe** La spectrométrie RMN  $^1\text{H}$  détermine le nombre de noyaux d'hydrogène dans la substance, dont on peut ensuite tirer la quantité d'eau. Pour déterminer le taux d'humidité on utilise fondamentalement deux types différents de spectrométrie RMN  $^1\text{H}$ .

Dans le premier, la substance à étudier est placée dans un champ magnétique alterné de haute fréquence. Le comportement de résonance des noyaux d'hydrogène (spin des protons) est une mesure de la teneur en eau de la substance.

Dans le second, les noyaux d'hydrogène (protons) sont déviés par une impulsion magnétique. La retombée du spin des protons induit une tension dans la bobine réceptrice. Un traitement mathématique



du signal de mesure conduit à un spectre RMN qui renseigne sur les atomes d'hydrogène présents dans la substance.

**Limitations** Il faut savoir que la spectrométrie RMN détecte tous les atomes d'hydrogène de l'échantillon, c'est-à-dire aussi les atomes d'hydrogène ne faisant pas partie de molécules d'eau. Le spectre révèle cependant les différents types de liaison. Les signaux RMN doivent par conséquent être étalonnés en fonction des composants à mesurer et de la structure des substances. Un étalonnage spécifique en fonction des substances, comme dans le cas de la spectrométrie IR, n'est cependant pas nécessaire.

**Avantages** La résonance magnétique nucléaire a pour avantage sa grande précision. Elle détecte toutes les formes d'eau indépendamment de leur force de liaison.

**Inconvénients** Les principaux inconvénients sont la lourdeur de l'appareillage et les coûts qui en résultent. De même, la faible quantité d'échantillon peut être un inconvénient pour les applications d'assurance qualité dans l'industrie.

## 2.4 Autres méthodes

**Principe** Les méthodes de détermination de l'eau décrites dans ce chapitre reposent le plus souvent sur des propriétés physiques du produit qui ne dépendent que de la teneur en eau, à condition que la composition de la substance soit simple.

**Limitations** Ces méthodes nécessitent un étalonnage, et ne sont applicables que si la matrice d'échantillon est simple (association des composants de l'échantillon) et si les composants autres que l'eau ne dérangent pas la grandeur à mesurer.

Méthode	Type de méthode Principe de mesure	Plage de mesure typique	Précision de mesure typique	Sélectivité pour l'eau
<b>2.4.1 Détermination de la conductivité électrique</b>				
Etuve	TG chauffage par convection détermination de la masse avant et après séchage	0,5–100%	0,1–0,5%	non
Séchage par infrarouge	TG chauffage par absorption du rayonnement IR détermination continue de la masse au cours du séchage	0,5–99%	0,1–0,5%	non
Séchage source à halogène	TG chauffage par rayonnement IR d'une source à halogène détermination continue de la masse au cours du séchage	0,5–99%	0,1–0,5%	non
Séchage par micro-ondes	TG chauffage par absorption des micro-ondes détermination de la masse avant et après séchage	2–99%	0,1–0,5%	non
Distillation	T le plus souvent distillation azéotrope avec solvant insoluble et détermination volumétrique de la teneur en eau	3–70%	1%	oui
Titrages Karl Fischer coulométrique	EC production électrochimique d'iode réagissant en quantité équivalente avec l'eau indication par mesure de tension à courant constant		ppm	oui
volumétrie	C titrage de l'eau par une solution d'iode indication par mesure de tension à courant constant	1–100%	0,05–0,5%	oui
Carbure de calcium	C mesure de pression/volume de l'acétylène naissant	1–100%	0,1–0,5%	oui
Spectrométrie IR	SP mesure de l'absorption/réflexion du rayonnement IR	1–80%	0,3–1%	oui
Spectrométrie micro-ondes	SP mesure de l'absorption/réflexion d'un rayonnement de micro-ondes	2–70%	0,3–1%	oui
Spectrométrie RMN	SP mesure de la résonance magnétique nucléaire (spin)	0–15%	0,1%	oui
Chromatographie en phase gazeuse	CR séparation sur colonne de chromatographie détection des fractions par mesure de la conductivité thermique	0,1–1% 1–5%	0,01% 0,1%	oui
Conductimétrie	EL mesure de la conductivité	>3%	0,5–1%	non
Réfractométrie	OP mesure de l'indice de réfraction	0–50%	0,5–1%	non

TG = thermogravimétrie  
T = thermique  
EC = électrochimique  
C = chimique  
SP = spectrométrie  
CR = chromatographique

## conductimétrie

**Principe** La grandeur de mesure primaire en conductimétrie est la résistance électrique. Celle-ci est d'autant plus grande qu'il y a moins de porteurs de charge (fonction de la teneur en eau) pour transporter les charges. La résistance électrique est par conséquent une mesure de la teneur en eau de l'échantillon.

**Limitations** Cette méthode convient pour les substances présentant une très faible conductivité à l'état sec. Les mesures sont fortement influencées par la température, mais peuvent être corrigées moyennant mesure de la température.  
Il existe des cellules pour mesures discontinues dans lesquelles il faut introduire l'échantillon, des électrodes à planter dans l'échantillon, et des systèmes permettant d'effectuer des mesures en continu.

### 2.4.2 Réfractométrie

**Principe** Il s'agit ici d'un procédé de mesure optique. On mesure l'indice de réfraction qui (par exemple pour une solution aqueuse de sucre) est une fonction non linéaire de la concentration en sucre. Il ne s'agit donc pas d'une détermination directe de la teneur en eau. La valeur mesurée définit seulement la matrice autre que le sucre (dans ce cas l'eau).

**Application** Cette méthode de détermination du taux d'humidité est surtout employée pour les produits sucrés.  
Les méthodes réfractométriques peuvent également servir à déterminer l'eau d'autres substances pures, par exemple de solutions de glycol.  
METTLER TOLEDO offre une gamme de réfractomètres pour cette méthode.

### 2.4.3 Détermination de la masse volumique

**Principe** Cette méthode d'analyse n'est en général utilisée que pour des solutions simples dont la masse volumique est une mesure de la concentration d'une substance dans l'eau (par exemple NaOH, solutions de sucre, mélange alcool-eau). Dans ce cas, c'est également la matrice résiduelle de la substance étudiée, qui est interprétée comme teneur en eau.

**Avantages** Méthode simple. Les résultats peuvent être directement lus sur un tableau pour les mélanges à deux composants.

**Application** Cette méthode est généralement rapide et l'analyse peut être effectuée directement sur la substance. Elle convient par conséquent surtout à des contrôles rapides par échantillonnage et pour des analyses de tendance. Sa pertinence quant à la teneur en eau dépend essentiellement de la différence de masse volumique et du nombre des composants de la substance. Les méthodes les plus courantes pour déterminer la masse volumique sont:

- détermination par des aéromètres,
- détermination par des pycnomètres,
- mesure de la poussée d'Archimède par une balance (mesure de force),
- méthode du diapason.

Description succincte du fonctionnement du diapason: Les bras creux d'un diapason sont remplis de la substance échantillon. La fréquence propre du diapason dépend de la masse volumique de la substance. Pour cette méthode, METTLER TOLEDO offre une gamme de densimètres basés sur différents principes de mesure.

### 2.4.4 Chromatographie en phase gazeuse

**Principe** Il faut d'abord évaporer le mélange échantillon, sans le décomposer, afin de pouvoir ensuite l'entraîner sous forme gazeuse par un gaz inerte sur une colonne de séparation. Dans cette colonne, les composants individuels se séparent en raison de leur différente température d'ébullition ainsi que des différentes interactions molé-

laire des composants de la phase gazeuse mobile avec la phase stationnaire liquide de la colonne. La détection des fractions gazeuses individuelles sortant de la colonne de séparation se fait en général par mesure de la conductivité thermique.

**Application** La chromatographie en phase gazeuse convient aux échantillons liquides ne contenant pas de fraction solide trop importante et présentant une teneur en eau supérieure à 5%, ainsi qu'aux échantillons dont l'eau peut être extraite.

**Avantage** Cette méthode d'analyse permet d'analyser simultanément plusieurs composants liquides de l'échantillon.

**Limitations** En raison de la lourdeur de l'appareillage, cette méthode n'est généralement utilisée pour la détermination de la teneur en eau que si d'autres composants de l'échantillon présentent également un intérêt ou lorsque des composants dérangent le titrage Karl Fischer par des réactions secondaires. Un étalonnage est nécessaire.

#### 2.4.5 Osmométrie

**Principe** La mesure de la pression de vapeur sert à déterminer le taux d'humidité de l'échantillon.

#### 2.5 Tableau synoptique des méthodes de détermination du taux d'humidité

#### 2.6 Notions métrologiques

Dans le domaine de la détermination des grandeurs physiques, les considérations statistiques jouent également un rôle. Des notions métrologiques importantes sont expliquées ici sur la base de la théorie des erreurs de mesure.

**Valeur vraie** Les mesures de grandeurs physiques ont principalement pour

objectif d'obtenir une valeur estimative aussi précise que possible de la valeur «vraie» d'une grandeur. Pour plusieurs raisons, il est toutefois impossible de déterminer la valeur vraie avec la précision voulue. Ainsi par exemple, la valeur vraie de la teneur en eau d'un échantillon ne peut être trouvée que par le comptage exact des molécules d'eau. Les procédés disponibles aujourd'hui utilisent des effets physiques comme l'évaporation de l'humidité (procédé thermogravimétrique). L'échantillon est chauffé, l'humidité s'évapore et la perte de poids est interprétée comme la teneur en humidité. La teneur en humidité englobe par conséquent l'eau et d'autres substances évaporées. Pour ce procédé, les écarts de mesure proviennent également le cas échéant de l'oxydation lors de l'échauffement de substances organiques et qui entraîne des pertes de poids. On peut alors constater fréquemment un faible écart entre les valeurs de mesure acquises et la valeur vraie.

Lorsqu'une méthode de mesure fournit des résultats répétables, il



**Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO HR73 et HG53**



**Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO HB43**



**Titrateurs Karl Fischer  
METTLER TOLEDO**



**Balance d'analyse AX  
avec logiciel de pesage  
différentiel intégré**



**Balance d'analyse AG  
avec logiciel de pesage  
différentiel, en option**



**Balance de précision PR  
avec logiciel de pesage  
différentiel, en option**

est possible de corriger la différence entre la valeur vraie et la valeur estimative par simple addition ou soustraction d'une constante. Pour détecter de manière fiable et rapide les variations dans le processus de production, il est d'une importance décisive que la méthode de mesure utilisée fournisse des résultats de mesure répétables.

**Erreur statistique**

Toute mesure d'une grandeur physique est entachée d'une erreur de mesure. Si pour une fois, on fait abstraction des erreurs systématiques, il reste toujours des erreurs suite à une multitude de petites influences perturbatrices. Ces erreurs sont appelées erreurs aléatoires ou statistiques. L'objectif est maintenant d'obtenir une valeur approximative utilisable pour la grandeur à mesurer et une évaluation de leur précision.

Si une grandeur physique est mesurée plusieurs fois de suite, on obtient un échantillon de valeurs de mesure  $x_1, \dots, x_n$ . Il est à présent possible de constater que l'erreur statistique d'une grandeur de mesure provient dans la plupart des cas d'une population de distribution normale avec une valeur moyenne  $m$  et un écart type  $s^1$  et que

la moyenne des valeurs de mesure

et

la répétabilité des valeurs de mesure

sont de bonnes valeurs estimatives pour les grandeurs inconnues  $m$  et  $s$ . Avec ces acceptations, une série de déclarations statistiques peuvent être réalisées sur la qualité des résultats de mesure.

**Répétabilité**

La répétabilité décrit la faculté d'un instrument de mesure à délivrer le même résultat pour un même échantillon dans les mêmes conditions ambiantes et au même emplacement (indication en tant qu'écart type de répétabilité).

## Reproductibilité

La reproductibilité décrit la faculté d'un instrument de mesure à délivrer le même résultat (indication en tant qu'écart type de répétabilité) pour le même type d'échantillon, à différents emplacements et dans différentes conditions ambiantes (p. ex. humidité de l'air).

<sup>1</sup> La distribution normale est entièrement décrite par les deux paramètres  $m$  et  $s$  et porte la désignation  $N(m, s)$ . Sous forme graphique, la distribution normale (également appelée loi de Gauss) est représentée par la courbe en cloche bien connue.

## 2.7 Comparabilité des méthodes

De faibles écarts peuvent apparaître lorsqu'on compare les résultats de diverses méthodes basées sur des principes physiques différents. Même les résultats obtenus par des méthodes identiques, mais avec des instruments provenant de divers fabricants, peuvent présenter de petites différences. Les écarts de mesure sont souvent très petits et constants. Ils peuvent être déterminés par une série de mesures sur les deux instruments. La méthode classique de l'étuve (chauffage convectif lent de l'échantillon), par exemple, donne, à même température, des valeurs légèrement différentes que le séchage par infrarouge ou par source à halogène (chauffage rapide de l'échantillon par rayonnement infrarouge direct). Une des raisons de cet écart est la différence du mode de chauffage et des effets secondaires concomitants, mais qui se manifestent avec une intensité différente (par exemple oxydation de l'échantillon). La plupart du temps, il est possible de faire concorder les résultats en modifiant la durée de séchage, la température de séchage ou le critère d'arrêt du séchage.

Exemple:

Un laboratoire utilise avec succès un dessiccateur à infrarouge LP16. Il achète alors un nouveau Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO HR73 dont le chauffage repose sur une source à halogène. Les résultats peuvent légèrement différer pour le même



réglage (température, durée ou critère d'arrêt). La modification des réglages permet cependant de faire concorder les valeurs de mesure de manière à les rendre superposables. Chacune des deux méthodes, considérée pour elle seule, donne des valeurs bien répétables.

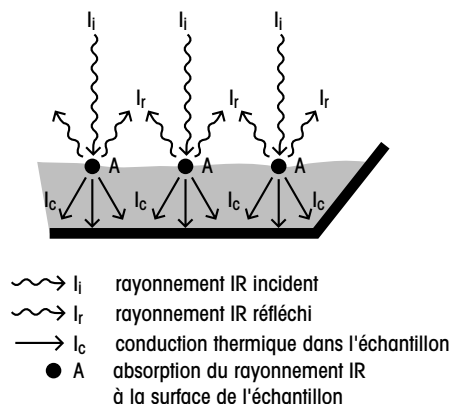
La procédure exacte pour la transposition des résultats d'une méthode (de référence) sur les appareils de mesure de l'humidité, à halogène, est décrite dans le chapitre 5.6.

### 3. Solutions proposées par METTLER TOLEDO

#### 3.1 Les méthodes et la gamme de produits METTLER TOLEDO

METTLER TOLEDO propose des produits pour les méthodes de mesure suivantes:

- méthode de l'étuve  
(balance d'analyse et logiciel pour pesée différentielle),
- méthode de séchage par source à halogène,
- méthode de séchage par infrarouge,
- titrage Karl Fischer (coulométrique et volumétrique),
- détermination de la masse volumique selon le principe de la poussée d'Archimède par une balance d'analyse,

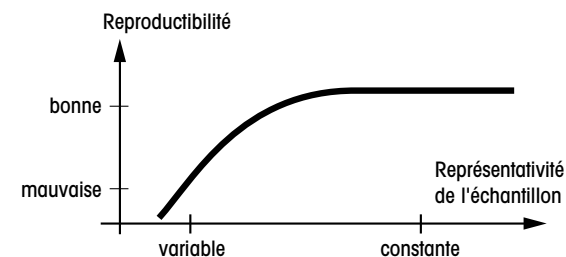


- détermination de la masse volumique par la méthode du diapason,
- réfractométrie

### 4. Description du Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO

Le Halogen Moisture Analyzer peut servir à déterminer le taux d'humidité de pratiquement toute substance. L'instrument repose sur le principe de la thermogravimétrie. Une source à halogène sèche la substance étudiée, tandis que la balance de précision incorporée à l'instrument mesure en continu le poids de l'échantillon. La perte totale de poids est alors interprétée comme étant la teneur en humidité. L'avantage principal de l'utilisation d'une source à halogène réside dans la durée de mesure plus courte par rapport aux méthodes de séchage traditionnelles. De plus, la source halogène de forme annulaire placée au-dessus de l'échantillon entraîne un échauffement uniforme de l'échantillon et ainsi une très bonne répétabilité du résultat de mesure.

La perte de poids de l'échantillon en fin de séchage sert de base au calcul du taux d'humidité. Les résultats finaux, intermédiaires, les évolutions et les paramètres de la méthode sont documentés par une imprimante intégrée, livrable en option. Ces rapports d'analyse et comptes rendus d'étalonnage répondent aux exigences des systèmes qualité courants (BPL, BPF, ISO 9000). Dans le Halogen Moisture Analyzer, tous les composants du système



(source à halogène, balance, imprimante, afficheur, interface données) sont assemblés en un appareil compact.

Le Halogen Moisture Analyzer est disponible en trois modèles (HR73, HG53 et HB43).

Le HR73 est un instrument de la classe supérieure. La performance de mesure et ses fonctionnalités satisfont aux exigences les plus élevées. Il peut être adapté pour une multitude de tâches de séchage et dispose d'une série de possibilités pour l'exploitation des résultats de mesure. Le HG53 convient avant tout pour la résolution sans erreur des tâches de routine. La bonne performance de mesure et son utilisation simple garantissent des résultats de mesure fiables.

HR73 et HG53 sont conçus pour une intégration dans des réseaux (p. ex. via Freeweigh) et les deux peuvent être équipés en option d'une imprimante de valeurs de mesure, intégrée. Grâce à sa simplicité d'utilisation et à sa robustesse, le modèle de base HB43 est conçu pour une utilisation dans la production.

**Tableau des caractéristiques essentielles des appareils de mesure d'humidité à halogène**

Modèle	HR73	HG53	HB43
Plage de température	50–200 °C	50–200 °C	50–200 °C
Programmes de temp. <sup>(1)</sup>	4	1	2
Poids minimal d'échantillon	0,1 g	0,1 g	0,5 g
Poids maximal d'échantillon	71 g	51 g	41 g
Précision d'affich. du résultat	0,01%	0,01%	0,01%
Répétabilité (s)			
pour 10 g d'échantillon	0,02%	0,02%	0,03%
Répétabilité (s)			
pour 2 g d'échantillon	±0,1%	±0,1%	±0,15%
Arrêt automatique	5-pos., au choix	5-pos.	5 pos.
Étalonnage	•	•	•
Imprimante intégrable	•	•	
Base de données méthodes <sup>(2)</sup>	•		
Analyse statistique			

des résultats<sup>(3)</sup>

•

Journal des résultats<sup>(3)</sup>

•

Remarques:

- 1) Les programmes de température prédéfinis permettent d'adapter de manière optimale la puissance de la source aux propriétés des échantillons.
- 2) Les réglages spécifiques pour 20 substances différentes et d'autres paramètres de séchage importants sont mémorisés à l'épreuve des pannes de courant dans une base de données.
- 3) Les résultats de mesure sont inscrits en continu dans un journal et une base de données statistiques.

### Principe de fonctionnement et avantages de la source à halogène

Le séchage par lampe à halogène constitue un progrès par rapport à la méthode de séchage par infrarouge. L'élément chauffant est formé d'un filament chauffant en tungstène logé dans un tube de verre rempli d'un gaz inerte contenant un halogène. La masse de la lampe à halogène est si faible que le maximum de puissance de chauffage est obtenu en l'espace de secondes, contrairement aux lampes à infrarouge traditionnelles. La méthode de séchage par source à halogène est de ce fait plus rapide. La forme spéciale de la lampe à halogène, combinée à un réflecteur doré de grande surface, garantit une répartition uniforme optimale du rayonnement thermique sur toute la surface de l'échantillon. D'où des résultats de mesure reproductibles.

### Le manipulateur du porte-échantillon

Dans les méthodes de séchage faisant appel à la chaleur, le porte-échantillon est souvent très chaud après l'analyse. Si l'opérateur oublie de se servir d'un outil, par exemple une pincette, pour retirer l'échantillon, il peut se brûler les doigts. Le Halogen Moisture Analyzer est équipé de manière standard d'un manipulateur du porte-échantillon très pratique qui permet de mettre en place ou de retirer le porte-échantillon de manière très commode. Cet accessoire sert en même temps de pare-brise qui réduit les effets de l'environnement, tels les turbulences de l'air. Nous recommandons l'utilisation systématique de cet utile accessoire en vue d'obtenir les meilleurs résultats.

## 5. Détermination du taux d'humidité par le Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO

### 5.1 L'opération de séchage

Le rayonnement IR (IR = infrarouge), aussi désigné par rayonnement thermique, est un rayonnement électromagnétique comme la lumière visible. La partie du spectre correspondant à l'infrarouge touche au domaine rouge du spectre visible d'où le nom de spectre infrarouge. Que se passe-t-il lorsque le rayonnement IR émis par la source à halogène frappe l'échantillon à sécher?

Le rayonnement IR tombe sur l'échantillon. Une fraction est absorbée par l'échantillon et transformée en chaleur. Les propriétés d'absorption ne sont pas les mêmes pour toutes les substances. Différents échantillons peuvent ainsi atteindre des températures légèrement différentes pour un même réglage de l'appareil. En cas de faible transparence au rayonnement IR, seules les particules en surface s'échauffent tout d'abord. Elles transmettent ensuite la chaleur par contact aux molécules voisines des couches inférieures. Le transport de la chaleur vers les couches plus profondes de l'échantillon dépend par conséquent de la conductivité thermique de l'échantillon. Plus elle est grande, plus vite l'échantillon s'échauffera de manière homogène.

Avec la progression du séchage, la conductivité thermique de l'échantillon change à mesure que la teneur en eau diminue. De plus, il faut tenir compte du fait que l'énergie consommée pour évaporer l'humidité abaisse la température de l'échantillon en début de séchage (refroidissement par évaporation). En cas de mauvais choix de la température, la combinaison des deux facteurs peut conduire à une décomposition de l'échantillon en fin de séchage.

La structure en surface et la «couleur» (capacité d'absorption IR)

#### Répartition correcte de l'échantillon



quantité correcte



répartition homogène

Répartition optimale de l'échantillon sur le porte-échantillon

#### Mauvaise répartition de l'échantillon



répartition



formation de tas



quantité trop importante

de l'échantillon ont une influence sur l'échauffement et donc sur la température effective de l'échantillon. Les surfaces lisses et claires réfléchissent davantage le rayonnement IR, de sorte que l'énergie absorbée, servant à l'échauffement de l'échantillon, est moindre.

### 5.2 Prélèvement et préparation des échantillons

#### Introduction

Le prélèvement et la préparation des échantillons ont une grande influence sur la reproductibilité des résultats de mesure. Lors de la fragmentation d'un échantillon, il faut veiller par exemple que l'échantillon ne se réchauffe pas et que tout le déroulement se déroule rapidement, sinon de l'humidité s'évapore déjà lors de la procédure. Il est également très important que l'échantillon à étudier soit une fraction représentative de la quantité globale de la substance étudiée.

#### Prélèvement d'échantillon et quartage

Le résultat d'une détermination du taux d'humidité dépend en premier lieu d'une préparation bien conçue de l'échantillon. La fraction destinée à l'analyse doit toujours être représentative de la masse totale. La préparation de l'échantillon comprend diverses opérations telles le prélèvement, le quartage, le broyage, l'homogénéisation, etc. Toutes ces opérations doivent être effectuées le plus rapidement possible, sans perte ou absorption d'humidité.

A priori, la plupart des produits, les échantillons de laboratoire, ne sont pas homogènes. Un prélèvement au hasard ne conduira donc

pas à une fraction représentative. Pour avoir un échantillon représentatif, le mode de prélèvement doit être choisi selon le produit, sa consistance et la quantité, en fonction des normes et directives correspondantes.

### Nombre d'échantillons

Une augmentation du nombre d'échantillons améliore toujours la fiabilité statistique du résultat d'analyse. Le nombre d'échantillons à prélever dépend de l'homogénéité du produit à étudier, de la précision de la méthode de mesure, ainsi que de la précision du résultat de mesure.

### Réduction mécanique

Le choix du modèle de broyeur et de ses outils de concassage dépend essentiellement des propriétés mécaniques de l'échantillon. Par exemple, les produits durs, cassants sont essentiellement réduits par des effets de pression, de choc ou de friction, tandis que les produits mous et élastiques ne peuvent souvent être réduits que par des effets de cisaillement ou de coupe.

Quel que soit le principe du broyeur, l'opération de broyage ne doit pas entraîner de perte d'humidité de l'échantillon, en vue de la détermination ultérieure du taux d'humidité. Si une perte ne peut être évitée pour une raison ou une autre, il faut au moins la déterminer expérimentalement à l'aide d'une méthode de référence.

La récupération quantitative de l'échantillon broyé, à partir de la chambre de broyage, doit également être simple et complète.

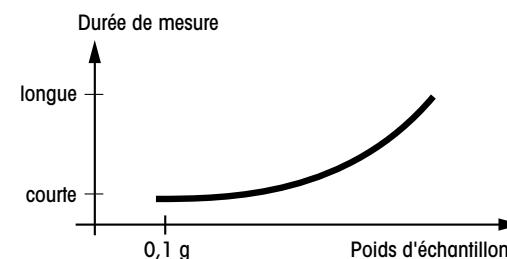
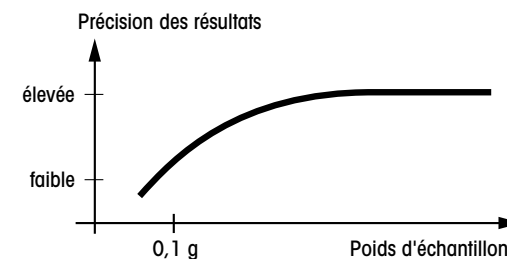
Dans la pratique, les modèles les plus divers de mixers de cuisine sont encore utilisés pour réduire les échantillons de laboratoire. Ces appareils donnent peut-être de bons résultats en cuisine, mais ne répondent certainement pas aux normes plus sévères du laboratoire. Vous obtiendrez des informations plus détaillées sur la réduction des échantillons, spécialement en vue de la détermination de l'humidité, donc sur le prélèvement, le quartage et les différentes possibilités de broyage, auprès des fabricants de broyeurs, par exemple la société RETSCH GmbH, à Haan, en Allemagne.

### Plateau porte-échantillon

Le matériau et l'état de surface du plateau porte-échantillon sélectionné peuvent avoir une influence significative sur la qualité des résultats de mesure. Ainsi par exemple les surfaces rayées ou ternies possèdent des caractéristiques de réflexion différentes que les surfaces lisses et planes.

### Utilisation de sable de quartz

Pour obtenir un séchage optimal, les échantillons doivent présenter une surface aussi grande que possible. On peut sensiblement améliorer les résultats obtenus avec des substances pâteuses (par exemple beurre) ou formant des croûtes (par exemple sirop de glucose) en les mélangeant avec du sable de quartz ou en les recouvrant avec un filtre en fibres de verre.



### Substances pâteuses, grasses et fondantes

Pour les substances pâteuses, grasses et fondantes, il est conseillé d'utiliser un filtre en fibres de verre afin d'augmenter la surface de l'échantillon. Le poids du filtre en fibres de verre est soustrait par tarage en même temps que celui du porte-échantillon. Le liquide contenu dans l'échantillon se répartit largement et uniformément dans les interstices entre les fibres. Il en est de même pour les graisses qui fondent et les échantillons qui contiennent des graisses. Grâce à cette augmentation de surface, l'humidité peut s'évaporer

plus vite et plus complètement. Le séchage préalable du filtre en fibres de verre et sa conservation dans un dessiccateur n'est nécessaire que si des résultats de mesure très précis doivent être obtenus.

Sinon, il suffit d'utiliser des filtres fortement hydrophobes tels que ceux proposés dans la gamme d'accessoires METTLER TOLEDO.

#### **Substances liquides**

Les échantillons liquides (par exemple des suspensions) tendent à former des gouttes sur le porte-échantillon, en raison de la tension superficielle du liquide. Ce phénomène empêche le séchage rapide étant donné que l'évaporation n'a lieu que sur une surface limitée du liquide. L'utilisation d'un filtre en fibres de verre courant du commerce réduit souvent la durée de séchage d'un facteur 2 à 3. Le pouvoir absorbant du filtre en fibres de verre provoque la répartition de l'échantillon liquide sur une grande surface. Le séchage préalable du filtre en fibres de verre et sa conservation dans un dessiccateur n'est nécessaire que si des résultats de mesure très précis doivent être obtenus.

#### **Substances formant une pellicule superficielle et substances sensibles à la chaleur**

L'utilisation d'un filtre en fibres de verre peut être utile pour les substances sensibles à la chaleur et celles formant une pellicule. Dans ce cas, l'échantillon est recouvert par le filtre, ce qui lui donne une «nouvelle surface». Le filtre protège la surface de l'échantillon du rayonnement IR direct et permet d'obtenir un échauffement de l'échantillon reposant davantage sur la convection que sur l'effet direct du rayonnement IR. De bons résultats sont obtenus de cette manière, en particulier avec les produits sucrés. De même, pour les substances sensibles à la chaleur, on peut sensiblement améliorer la reproductibilité des résultats en protégeant l'échantillon du rayonnement IR direct.

Ce procédé aide aussi dans le cas d'échantillons de teinte irrégulière, étant donné que ceux-ci s'échauffent de manière différente du fait de l'absorption différente du rayonnement thermique.

#### **Substances contenant du sucre**

Les échantillons contenant beaucoup de sucre tendent à caraméliser en surface. Dans ce cas, il convient de déposer une fine couche d'échantillon. De plus, il faut choisir une température

modérée.

#### **Échantillons volumineux**

Les échantillons volumineux ou qui gonflent peuvent entraîner des résultats de mesure erronés par contact avec le verre protecteur de l'Halogen Moisture Analyzer. Afin qu'un séchage uniforme et doux soit possible, l'utilisation d'une cage à échantillon, disponible en accessoire pour le HG53 et le HR73, est recommandée.

#### **Répartition de l'échantillon sur le porte-échantillon**

Pour obtenir des résultats reproductibles, il faut absolument répartir uniformément l'échantillon sur le porte-échantillon. Une répartition non uniforme peut entraîner un échauffement inhomogène de l'échantillon. Il pourrait en résulter un séchage insuffisant au cœur d'amas trop importants. Des couches épaisses entravent le dégagement de l'humidité. La durée de mesure, ainsi prolongée, favorise la décomposition à la surface de l'échantillon, en raison de l'action prolongée de la chaleur.

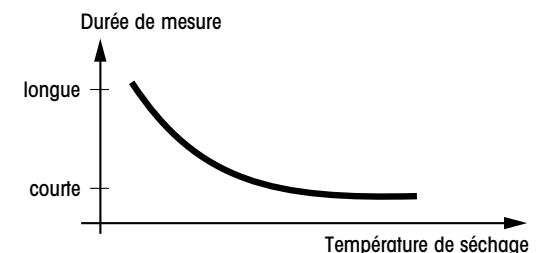
La formation d'une pellicule superficielle peut complètement empêcher le dégagement de l'humidité. Dans ce cas, il faut veiller à répartir l'échantillon en une mince couche d'épaisseur uniforme. En présence de substances très volatiles, il convient de répartir rapidement l'échantillon sur le porte-échantillon, sinon l'humidité s'évapore avant la saisie du poids initial. Dans ce cas, il est recommandé d'utiliser le mode «Manual».

#### **Traitement de l'échantillon pendant le séchage**

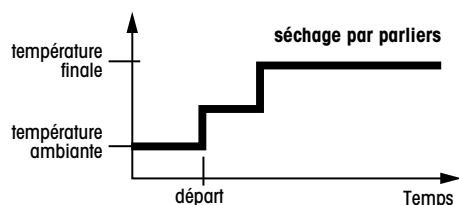
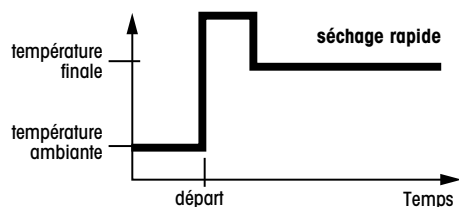
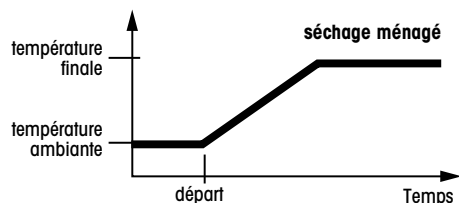
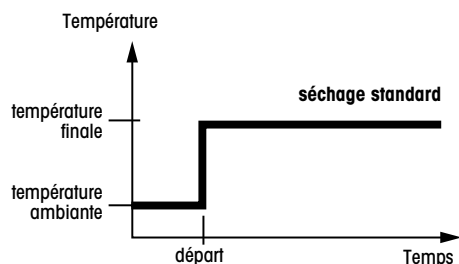
Dans certains cas, l'échantillon est traité après la saisie du poids initial et avant le séchage proprement dit. Le Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO offre dans ce cas la possibilité d'utiliser le mode «Manual».

Exemples de traitements possibles:

– Mélange de sable de quartz; procédez de la manière suivante:



tez le plateau, une petite tige en verre et le cas échéant un filtre en fibres de verre ou du sable de quartz. Posez l'échantillon sur le plateau et démarrez le séchage en mode «Manual». De cette manière, le poids de départ de l'échantillon est saisi et les éventuelles pertes de masse par évaporation sont prises en compte dans le résultat. Ensuite, à l'aide de la petite tige en verre, vous pouvez répartir l'échantillon uniformément sur le plateau. A la fin, démarrez l'échauffement par fermeture du tiroir à échantillons (HR73, HG53) ou de l'unité de chauffe (HB43), à l'occasion de



quoi la petite tige de verre doit aussi être séchée.

- Coagulation des protéines par ajout goutte à goutte de solutions alcooliques. Ceci empêche la formation d'une pellicule au cours du séchage. Le solvant ajouté n'est pas pris en compte dans le résultat final.
- Formation d'un azéotrope volatil par ajout d'un solvant insoluble dans l'eau (par exemple xylène, toluène).

Notez que l'ajout de solvants peut donner naissance à des mélanges combustibles, voire explosibles. Dans ce genre d'applications, utilisez toujours les plus petites quantités d'échantillon possibles et observez la prudence nécessaire.

En cas de doute, il faut procéder à une analyse soignée du risque.

### 5.3 Le développement d'une méthode pour le Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO

Pour certaines substances, des prescriptions légales, des normes ou des instructions propres à l'entreprise fixent la méthode de détermination du taux d'humidité. La méthode de référence est souvent le séchage en étuve ou le titrage selon Karl Fischer. Dans ce cas, il faut veiller, lors du développement d'une méthode pour le Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO, à ce que les résultats de la méthode de référence correspondent à ceux obtenus avec le Halogen Moisture Analyzer, ou à ce que les écarts soient connus et reproductibles. En l'absence de prescriptions, les méthodes de détermination de l'humidité peuvent être directement développées sur le Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO. Dans ce cas, l'intérêt porte moins sur le vrai taux d'humidité, mais sur le fait que la méthode fournisse une valeur de mesure qui soit en rapport avec la qualité de la substance.

Décrivons maintenant comment adapter les paramètres de séchage au problème posé.

#### Choix de la quantité optimale d'échantillon

Le poids d'échantillon a aussi bien une influence sur la précision des résultats de mesure que sur la durée de mesure. Les gros échantillons dégagent beaucoup d'eau et la détermination de

l'humidité dure plus longtemps.

De plus, un échantillon trop grand peut entraîner une répartition non uniforme de la chaleur et des résultats d'analyse médiocres. Afin d'obtenir une durée de mesure aussi courte que possible, nous recommandons de choisir un faible poids d'échantillon, mais pas inférieur au poids nécessaire pour obtenir la précision de mesure exigée.

### Effet du poids d'échantillon sur la répétabilité du résultat

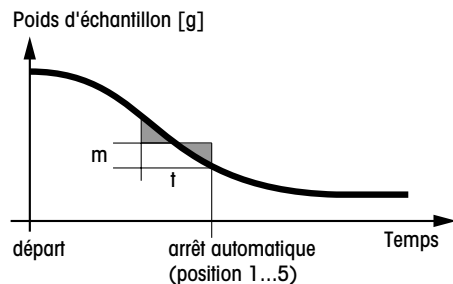
Décrivons maintenant l'effet du poids d'échantillon sur la répétabilité des mesures avec le Halogen Moisture Analyzer.

Fondamentalement, la répétabilité diminue lorsque le poids de l'échantillon utilisé est plus petit.

Le tableau suivant donne la relation existant entre poids d'échantillon et répétabilité des mesures avec le Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO.

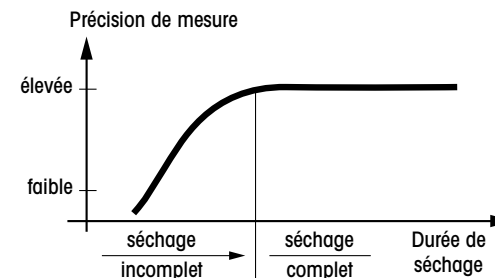
Poids d'échantillon	Écart type de répétabilité (s)	
	HG 53/HR73	HB43
0,2 g	1%	1,5%
0,5 g	0,4%	0,6%
1 g	0,2%	0,3%
2 g	0,1%	0,15%
5 g	0,04%	0,06%
10 g	0,02%	0,03%

Remarque:



Ce tableau suppose un échantillon idéal, homogène et dont l'humidité s'évapore complètement sans décomposition de l'échantillon

(par exemple sable humide). Les écarts résultent toujours du cumul de l'incertitude due à la substance et de la répétabilité de l'instrument. Dans la pratique, les écarts entre les valeurs de mesure d'une série de mesures peuvent par conséquent être supérieurs aux écarts indiqués par le tableau ci-dessus, établi pour le Halogen Moisture Analyzer.



Les deux exemples donnés ci-après montrent comment choisir le poids d'échantillon pour réduire au minimum la durée de séchage, tout en remplissant les exigences de précision relatives à l'appareil.

Exemple 1:

La répétabilité doit être supérieure à  $\pm 0,1\%$ . Le tableau des précisions montre qu'ici un poids d'échantillon de 2 g au minimum est nécessaire pour le HR/HG et de 3 g au minimum pour HB43.

Exemple 2:

Poids humide de l'échantillon: 10 g  
 Moyenne des résultats: 15,5%  
 Écart type de répétabilité à partir du tableau (s):  $\pm 0,02\%$   
 68 % env. des valeurs de mesure se situent dans l'intervalle: 15,48% – 15,52%

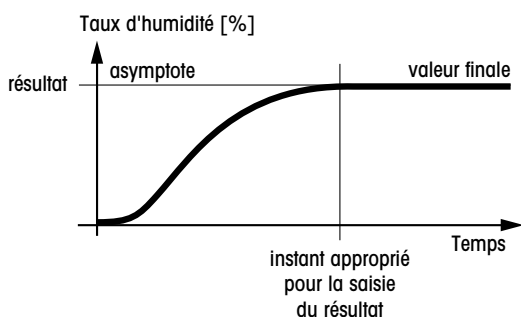
### Choix de la température de séchage

La température de séchage a une influence prépondérante sur la durée de mesure. Il faut la choisir de manière à ce que l'échantillon ne se décompose pas et que sa structure chimique ne soit

pas modifiée. Une température de séchage trop basse allonge inutilement la durée de séchage.

Notez également que certains échantillons libèrent des quantités d'humidité différentes à des températures de séchage différentes. C'est le cas, en particulier, pour les substances dont l'humidité est fortement liée ou de celles qui ont tendance à se décomposer. En changeant la température de séchage, on peut éliminer les écarts observés par rapport à la méthode de référence.

Nous proposons la démarche suivante pour le choix de la tempé-



érature:

- Evaluer le taux d'humidité de l'échantillon.
- Déterminer la température de décomposition de l'échantillon par des essais.
- Comparer les résultats de mesure à la méthode de référence, si une telle méthode existe.

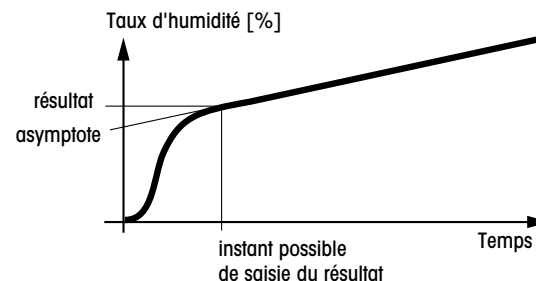
Si l'humidité dégagée est trop importante, réduire la température de séchage. Si les résultats de mesure sont trop bas, la température de séchage est probablement trop basse ou la durée de séchage est trop courte.

Pour les échantillons à fort taux d'humidité, il est possible de réduire la durée de mesure en choisissant le programme de séchage rapide ou par paliers. Dans ce cas, la majeure partie de l'humidité est évaporée à température plus élevée. La température de séchage est ensuite réduite et maintenue constante jusqu'à la fin du séchage. La surélévation de température sert à l'évaporation rapide de l'humidité, mais la température effective de l'échantillon ne

dépasse pas la température d'ébullition du liquide (effet de refroidissement par évaporation). Dans certains cas, une surchauffe locale à la surface de l'échantillon peut malgré tout se produire (voir chap. 2.7).

### Choix du programme de séchage

Selon le modèle, vous avez le choix entre différents programmes de séchage sur le Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO. Ces programmes et les cas auxquels ils s'appliquent sont décrits ci-après.



Modèle d'appareil	HR73	HG53	HB43
- programme de séchage standard	•	•	•
- programme de séchage ménagé	•		
- programme de séchage rapide	•		•
- programme de séchage par paliers	•		

### Description succincte du séchage standard

Le séchage standard est destiné à la détermination précise du taux d'humidité de la plupart des substances. Dans certains cas spéciaux ou pour optimiser le temps de mesure, il peut être avantageux de choisir un programme de séchage plus complexe.

### Description succincte du séchage ménagé

Le séchage ménagé sera choisi lorsqu'on a des doutes sur la stabilité d'une substance exposée à la source à halogène fonctionnant, dès le départ, à pleine puissance.

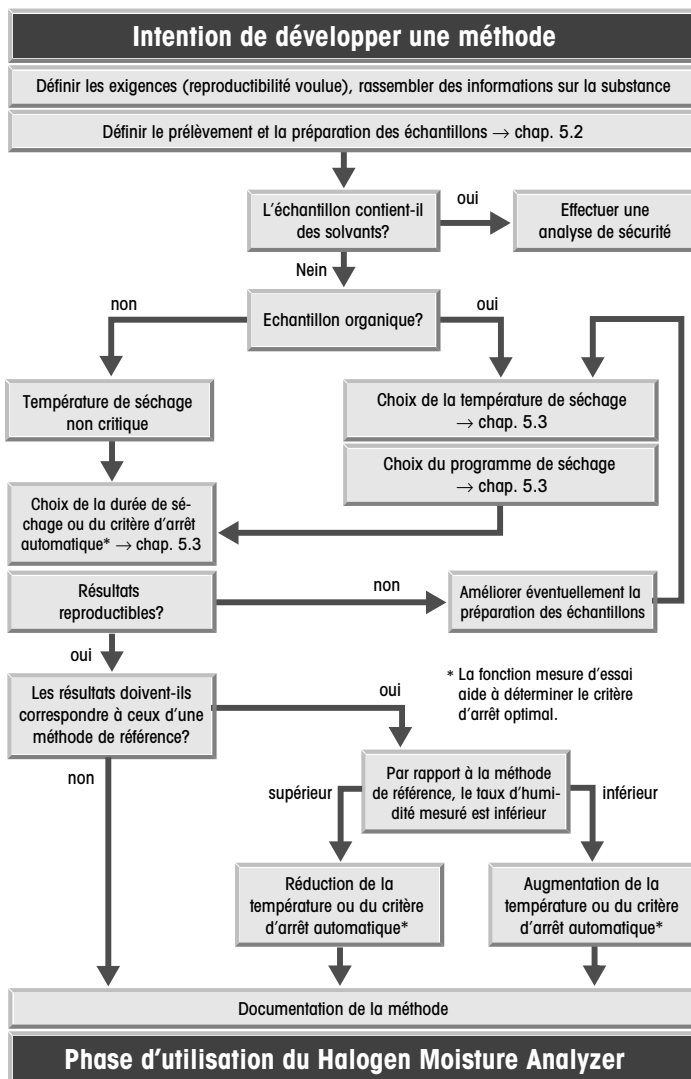
Grâce au chauffage progressif, le séchage ménagé empêche que les substances sensibles se décomposent sous la chaleur. Le séchage ménagé peut également être employé avec succès pour les substances formant une pellicule.

L'échantillon s'échauffe de manière uniforme par lente convection thermique de l'extérieur vers l'intérieur.

**Description succincte du séchage rapide**

Le programme de séchage rapide est destiné aux échantillons présentant un taux d'humidité de 5 à 15%.

Lors du séchage rapide, la puissance de rayonnement dépasse pendant trois minutes après démarrage du séchage, la valeur de température réglée de 40 %. Pendant la première minute, la puis-



sance de la lampe dépasse la valeur présélectionnée pour la température. Ceci permet d'accélérer l'opération de séchage en compensant les pertes de chaleur dues à l'évaporation. Il faut que l'échantillon contienne suffisamment d'humidité pendant cette première minute afin que l'évaporation empêche une surchauffe de l'échantillon.

**Description succincte du séchage par paliers**

L'emploi du programme de séchage par paliers est analogue à celui du programme de séchage rapide. La durée de surélévation de la température ainsi que la valeur de la température peuvent être librement choisies. Ce programme est surtout employé pour les échantillons présentant un taux d'humidité supérieur à 15%. Une autre possibilité d'emploi est la détermination sélective de l'humidité à différentes températures. Le plâtre, par exemple, ne libère à 50 °C que son eau superficielle, tandis que l'eau de cristallisation n'est dégagée qu'à partir de 168 °C. Grâce à un profil de température bien choisi, ce programme de séchage permet par conséquent de déterminer séparément, au cours d'une même mesure, l'eau superficielle et l'eau de cristallisation.

**Choix de la durée de séchage**

Le Halogen Moisture Analyzer offre deux critères d'arrêt de type différent. Par critère d'arrêt on entend la condition qui doit être remplie pour que le Halogen Moisture Analyzer s'arrête automatiquement.

Le premier type est l'arrêt en fonction du temps. Il est surtout employé lorsque le séchage n'aboutit pas à une valeur finale constante et lorsque l'échantillon perd continuellement en masse par décomposition ou libération de composants peu volatils.

Le second type détecte automatiquement la fin du séchage. La balance intégrée à l'appareil détermine en continu la perte de poids de l'échantillon au cours du séchage. Si la perte de poids par unité de temps tombe en dessous de la valeur présélectionnée, le séchage s'arrête et le résultat final est affiché.

Le critère d'arrêt automatique est réglable sur cinq valeurs.

Position 1: pour échantillons séchant rapidement  
(par exemple le papier)

Position 2: réglage intermédiaire  
Position 3: pour échantillons standard (par exemple le beurre)  
Position 4: réglage intermédiaire  
Position 5: pour échantillons séchant lentement  
(par exemple matières synthétiques)  
(voir également le mode d'emploi)

**Critère d'arrêt et poids d'échantillon** Afin que l'arrêt automatique du séchage intervienne toujours pour un même degré de séchage des échantillons, le poids initial des échantillons doit être relativement uniforme ( $\pm 10\% \dots \pm 20\%$ ).  
En choisissant l'arrêt en fonction du temps, le poids d'échantillon peut également avoir une influence sur la précision du résultat de mesure, notamment lorsque l'humidité d'un échantillon n'est pas complètement chassée dans l'intervalle de temps choisi, parce que son poids est trop grand.

**Influence du critère d'arrêt sur la durée de mesure** Le choix de la valeur (position 1 ... 5) du critère d'arrêt automatique a toujours une répercussion sur la durée de mesure.  
En position 1, la durée de séchage est la plus courte. Très souvent, le séchage n'est alors pas complètement terminé. En choisissant le critère d'arrêt, l'utilisateur doit décider entre durée de mesure courte ou précision plus grande du résultat de mesure.

**Mesure d'essai pour déterminer le critère d'arrêt optimal** La fonction de la mesure test, intégrée dans les Halogen Moisture Analyzer HR73 et HG53, offre une aide précieuse pour le développement de méthodes. Pendant la mesure d'essai, un compte rendu des résultats intermédiaires est imprimé. Une analyse de ces résultats intermédiaires permet de choisir la bonne position de réglage pour le critère d'arrêt.

## Analyse de l'évolution du séchage

L'imprimante permet de suivre l'évolution du séchage par l'impression répétée de valeurs intermédiaires. L'analyse révèle deux types de courbes.

Le premier type de courbe est celui d'un séchage asymptotique. La quantité d'humidité libérée adopte une valeur constante qui ne change plus, même après un temps de séchage prolongé. En principe, une telle évolution permet de déterminer facilement le taux d'humidité de manière répétable. Le résultat de mesure correspond à la valeur constante matérialisée par l'asymptote. Par conséquent, il est facile de définir un critère d'arrêt convenable.

Dans le second type de courbe, le séchage est rapide au début, puis se ralentit. Le taux d'humidité n'adopte cependant jamais une valeur constante. Les causes d'une telle évolution peuvent être les suivantes.

L'échantillon se décompose sous la chaleur, les produits de décomposition se dégagent et l'échantillon perd du poids.

Les graisses, huiles, plastifiants ou autres composants volatils éliminés plus lentement que l'eau peuvent conduire à des évolutions cumulatives. Les composants moins volatils entraînent une perte de poids constante et lente.

On peut optimiser les résultats de mesure d'une telle évolution de séchage:

- en abaissant la température pour réduire la réaction de décomposition;
- en choisissant un critère d'arrêt convenable, la fin de l'analyse peut être détectée à l'endroit voulu (coude) de la courbe de séchage;
- le choix d'une durée de séchage constante donne souvent de bons résultats de mesure;
- en maintenant constant le poids initial d'échantillon ( $\pm 10\% \dots \pm 20\%$ ).

Les particules d'échantillon à gros grains, pour lesquelles vers la fin du séchage, seule une très faible humidité s'évapore encore, peuvent clôturer prématurément un séchage.

## L'erreur

Il faut distinguer entre erreur statistique et erreur systématique.

## systematique

Par erreur statistique, on entend les écarts accidentels non corrigibles. Il s'agit essentiellement d'écarts de mesure dus à l'appareil, ainsi que d'écarts dus à des différences de préparation, de traitement et de manipulation de l'échantillon.

Les erreurs systématiques sont des écarts constants, qui se laissent souvent corriger.

Ces erreurs peuvent provenir:

- des durées d'attente prolongées entre le prélèvement d'échantillon et la détermination de l'humidité;
- d'un séchage incomplet dû à une durée de séchage trop courte;
- de la décomposition de l'échantillon à une température de séchage trop élevée;
- de l'utilisation d'un filtre en fibres de verre encore humide ou de sable de quartz humide.
- Échantillons à gros grains

Pour de plus amples informations voir au chap. 2.6 et 2.7.

## 5.4 Démarche schématique pour développer une méthode

Le schéma ci-dessous présente une proposition de démarche systématique pour développer une méthode.

## 5.5 Exemple pratique

Cet exemple pratique montre comment a été développée une méthode pour le beurre.

### Effectuer des études préalables et rassembler des informations

Matrice échantillon:

Le beurre est principalement composé de graisse et d'eau ainsi que d'une petite fraction de composants nobles.

Taux d'humidité:

Le beurre présente normalement un taux d'humidité compris entre

15 et 17%.

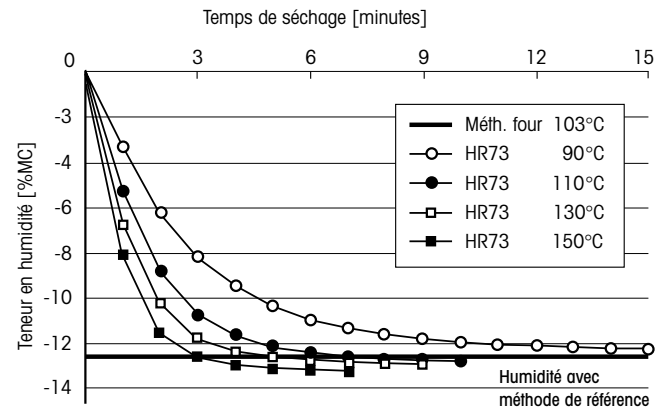
Lois:

Ordonnance sur les denrées alimentaires.

Méthode de référence:

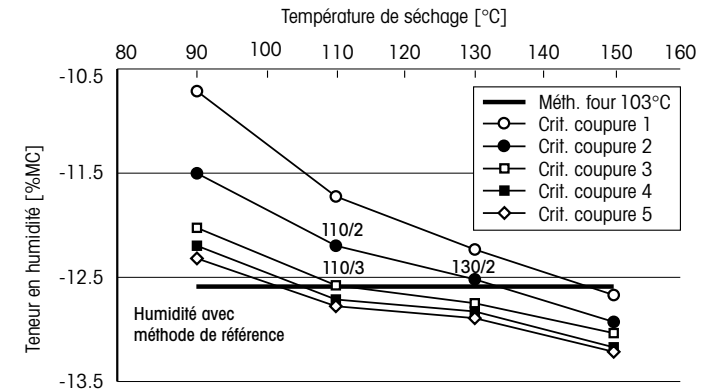
L'ordonnance sur les denrées alimentaires prescrit dans la plupart des pays la méthode de l'étuve.

Une méthode de détermination courante est également le titrage selon Karl Fischer.



Quantité d'échantillon:

Une quantité de 3 g donne un résultat suffisamment précis (erreur d'instrument inférieure à 0,1%, selon le tableau donnant la précision de mesure).



Complications possibles:

Substance organique, réaction de décomposition possible. Evaporation possible de graisses volatiles à température de séchage trop élevée. Le beurre fond. Inhomogénéité des échantillons. Contient des inclusions d'eau, sous forme de fines gouttelettes qui peuvent être exprimées par des manipulations inadéquates lors de la préparation des échantillons.

Conséquences:

Utiliser des filtres en fibres de verre ou du sable de quartz.

### Détermination des paramètres de séchage optimaux

Les mesures suivantes ont été effectuées en mode test avec un intervalle d'impression de 10 secondes:

**Premier test:**

programme de séchage standard à 150 °C, poids d'échantillon 3 g.

**Résultat:**

valeurs de mesure légèrement trop hautes, évolution asymptotique du séchage, odeur de grillon et brunissement après séchage (légère décomposition).

**Second test:**

programme de séchage standard avec température réduite à 130 °C, poids d'échantillon 3 g.

**Résultat:**

bons résultats, l'évolution du séchage est asymptotique, pas d'altération apparente par oxydation après le séchage, durée de mesure 4 minutes (critère d'arrêt, position 3).

Problème	solutions possibles
L'échantillon est altéré par oxydation	réduire la température. essayer le programme de séchage ménagé. choisir le programme de séchage rapide pour réduire la durée d'analyse jusqu'à ce que le degré de décomposition de l'échantillon devienne insignifiant pour le résultat de mesure. recouvrir l'échantillon d'un filtre en fibres de verre ou d'une feuille d'aluminium pendant le séchage.
La durée d'analyse est trop longue	augmenter la température, critère de coupure plus faible. travailler avec un programme de séchage rapide ou à paliers (pour les échantillons humides). diminuer la quantité d'échantillon. augmenter la surface de l'échantillon par une préparation appropriée de l'échantillon, par l'utilisation de sable de quartz ou d'un filtre en fibres de verre.
La précision du résultat est insuffisante	augmenter la taille d'échantillon. augmenter le poids d'échantillon. analyser l'évolution du séchage. Cette analyse révèle en général si la fin du séchage a été atteinte ou quand le Halogen Moisture Analyzer atteint le critère d'arrêt automatique.
Résultats non reproductibles	utiliser le critère d'arrêt en fonction du temps pour les expériences de séchage. optimiser l'homogénéisation de l'échantillon. standardiser la manipulation de l'échantillon, climatiser les échantillons. filtre en fibres de verre pour les échantillons liquides. broyer et répartir l'échantillon uniformément. sécher toujours la même quantité d'échantillon.
L'échantillon fond (très gras), est liquide ou pâteux	utiliser un filtre en fibres de verre.
L'échantillon présente peu d'humidité	augmenter la quantité d'échantillon.
L'échantillon contient du sucre qui caramélise	recouvrir l'échantillon d'un filtre en fibres de verre pendant le séchage.
L'échantillon présente un taux d'humidité de 5 à 15%	essayer le programme de séchage rapide.
L'échantillon présente un taux d'humidité >15%	essayer le séchage par paliers.
L'échantillon contient des solvants	respecter impérativement les instructions de sécurité.
Autres	coaguler les protéines. sécher sur filtre en fibres de verre. couvrir d'un filtre en fibres de verre les échantillons qui caramélisent pendant le séchage.

**Définition des paramètres de séchage****Programme de séchage:**

séchage par paliers, car taux d'humidité supérieur à 15%.

**Température de séchage:**

1<sup>er</sup> palier: 2 minutes, 150 °C

2<sup>e</sup> palier: 0 minutes, 150 °C

3<sup>e</sup> palier: 130 °C (durée déterminée empiriquement).

**Poids d'échantillon:**

3 g ( $\pm 10\%$ ).

**Critère d'arrêt:**

position 3.

**Vérification**

Trois mesures ont été effectuées sur le même lot.

	Méthode de référence Four de séchage					Halogen Moisture Analyzer HR73							
	Préparation échant.	Déroulement	Poids échantillon (g)	Température °C	Moyenne (% humidité)	Préparation échant.	Poids échantillon (g)	Programme de temp.	Température °C	Critère de coupure	Moyenne (% humidité)	Répétabilité (s)	Temps de séchage approx. (min.)
<b>Matériau de construction</b>													
Vernis acrylique	16)	a)	5 103	66,91	10)	3	standard	200	5	66,74	0,25%	19-21	
Dispersion (noir)	7)	f)	3 103	36,58	3)	2,5	rapide	120	5	35,70	0,37%	11-16	
Dispersion (jaune)	7)	f)	3 103	40,34	3)	2	rapide	170	5	39,28	0,42%	7-10	
Plâtre	1)	a)	5 103	5,92	12)	5	standard	180	4	5,97	0,15%	8-9	
<b>Denrées alimentaires</b>													
Haricots (rouge, Kidney)	5)	b)	5 130	14,36	13)	3	standard	140	5	13,93	0,17%	9-12	
Haricots (blanc)	5)	b)	5 130	13,59	13)	3	standard	160	3	13,36	0,06%	8-11	
Bouillon (consommé)	1)	d)	5 103	1,83	12)	3	standard	120	3	1,55	0,09%	2-3	
Viande (poulet)	17)	e)	5 102	74,89	18)	3	doux	v)	5	74,38	0,27%	18-22	

	Méthode de référence Four de séchage					Halogen Moisture Analyzer HR73							
	Préparation échant.	Déroutement	Poids échantillon (g)	Température °C	Moyenne (% humidité)	Préparation échant.	Poids échantillon (g)	Programme de temp.	Température °C	Critère de coupure	Moyenne (% humidité)	Rétabilité (s)	Temps de séchage approx. (min.)
<b>Dénrées alimentaires (suite)</b>													
Jus de légume	2)	a)	10	103	93,24	3)	4	rapide	140	4	93,50	0,06%	14–16
Noisettes (moulus)	1)	d)	5	103	5,16	12)	5	standard	130	3	4,91	0,07%	5–6
Millet	5)	b)	5	130	12,37	13)	3	standard	160	3	12,09	0,23%	9–13
Yaourt	14)	c)	5	102	87,58	15)	3	paliers	u)	5	87,92	0,06%	14–23
Crème pour café	7)	a)	4	103	77,67	8)	2,5	paliers	s)	5	77,42	0,30%	14–17
Boisson cacao (instantané)	1)	d)	5	103	2,10	12)	4,5	standard	120	3	1,97	0,04%	2–3
Jus de carottes	2)	a)	10	103	90,48	3)	4	standard	140	3	90,49	0,05%	9–11
Flocons de pomme de terre	1)	d)	4	103	7,71	12)	3	standard	100	4	7,56	0,15%	11–13
Noix de coco râpée	1)	d)	5	103	1,68	12)	3	standard	110	3	1,50	0,05%	3–4
Lait concentré (sucré)	11)	c)	2	102	25,91	10)	2,5	doux	t)	4	25,98	0,29%	26–30
Lait concentré (non sucré)	9)	c)	3	102	74,43	10)	3	standard	130	4	74,23	0,14%	12–17
Saumon	17)	e)	5	102	67,70	18)	3	rapide	120	5	67,51	0,34%	23–28
Lentilles	5)	b)	5	130	11,43	13)	3	standard	170	4	11,47	0,14%	5–8
Semoule de maïs (Polenta)	1)	d)	10	103	12,70	12)	4	standard	120	3	12,28	0,41%	12–16
Amidon de maïs	1)	d)	5	103	11,74	12)	3	standard	90	3	11,14	0,13%	10–11
Amandes (moulues)	1)	d)	5	103	4,32	12)	5	standard	110	3	4,03	0,16%	8–9
Lait (écrémé)	1)	c)	5	102	88,51	3)	2,5	paliers	u)	5	88,51	0,07%	7–9
Lait (entier)	1)	c)	5	102	87,45	3)	2,5	paliers	u)	5	87,16	0,54%	7–9
Jus d'orange (de concentré)	2)	a)	10	103	89,95	3)	4	rapide	130	4	89,54	0,07%	15–19
Jus d'orange (frais)	2)	a)	10	103	89,14	3)	4	rapide	140	3	89,17	0,11%	10–14
Panure	1)	d)	10	103	4,84	12)	2,5	standard	100	4	4,16	0,10%	11–14
Poivre (noir)	1)	d)	2	103	10,54	12)	2,5	standard	90	3	9,54	0,28%	6–8
Crème	7)	c)	4	103	48,85	8)	2,5	paliers	u)	3	49,11	0,36%	6–8
Riz	5)	b)	5	130	13,45	13)	3	standard	165	5	13,06	0,23%	16–18
Chocolat en poudre	1)	a)	3	103	0,76	12)	6	standard	80	3	0,71	0,02%	3–4
Sirop	4)	a)	5	103	27,10	3)	3	rapide	80	3	26,85	0,25%	24–29
Thé (vert)	1)	d)	2	103	6,24	12)	4	standard	100	4	5,67	0,09%	15–18
Thé (noir)	1)	d)	2	103	6,82	12)	3	standard	100	4	6,33	0,08%	11–14
Grains de raisin	20)	a)	4	103	16,97	21)	3	standard	115	3	17,18	0,54%	27–32
Blé	5)	b)	5	130	14,10	13)	3	standard	175	4	13,88	0,23%	12–14
<b>Jardin et ménage</b>													
Engrais (potassique)	1)	a)	5	103	1,20	12)	3	standard	140	5	1,13	0,05%	4–5
Calcaire	1)	d)	20	103	0,10	12)	20	standard	200	4	0,11	0,00%	2–4
Farine d'os	1)	a)	5	103	5,41	12)	3	standard	140	3	5,52	0,08%	6–8
Lessive	1)	a)	5	103	10,81	12)	3	standard	115	3	10,62	0,21%	17–20
<b>Articles de toilette</b>													
Gel cheveux	6)	a)	5	103	91,51	10)	3	standard	120	5	91,35	0,08%	18–23
Bain mousse	7)	f)	3	103	86,57	3)	3	rapide	150	3	86,13	0,26%	6–8
Savon (liquide)	7)	f)	3	103	85,51	3)	3	standard	170	5	85,56	0,10%	9–12
Shampooing	7)	f)	4	103	83,88	3)	3	rapide	160	5	83,93	0,08%	9–12

## de la répétabilité

### Tableau des mesures

valeurs de mesure:	16,70%, 16,85%, 16,52%
n:	3
moyenne:	16,69%
écart type (s):	0,17%

### Comparaison avec la méthode de référence (méthode de l'étuve)

Les résultats de mesure du Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO correspondent à ceux de la méthode de l'étuve.

#### Remarque:

En cas de divergence entre les résultats de mesure et ceux de la méthode de référence, une concordance peut être rétablie en faisant une série d'essais avec modification de la température ou du critère d'arrêt.

### 5.6 Obtention de résultats concordants avec une méthode de référence

Lors de la détermination des paramètres optimaux de séchage pour une nouvelle méthode de détermination de l'humidité, on se fonde souvent sur une méthode de référence. Il s'agit fréquemment de l'étuve habituelle, occasionnellement aussi le dessiccateur infra-rouge LP16 ou LJ16 ou le titrage Karl Fischer.

On part souvent du fait que les résultats de mesure d'une nouvelle méthode doivent concorder avec ceux de la méthode de référence. Pour des raisons physiques et techniques, la température de séchage ne peut pas toujours être reprise sans changement à partir de l'étuve ou du dessiccateur infrarouge, mais de nouveaux réglages doivent être trouvés pour les Halogen Moisture Analyzer. Dans la pratique, le procédé suivant a fait ses preuves:

### Mesures de test

Après une préparation appropriée des échantillons (voir chap. 5.2), des quantités identiques d'échantillons sont mesurées à l'aide de la fonction de test du HR73 ou du HG53 à différentes tempéra-

tures et sont enregistrées sous forme graphique (voir figure 1). Dans un but de simplification de ce procédé, votre Halogen Moisture Analyzer peut être raccordé à un ordinateur via l'interface de données intégrée en standard. Les données de mesure peuvent être transmises dans un tableur via un programme approprié (p. ex. BalanceLink™ METTLER TOLEDO). Vous trouverez des informations supplémentaires dans le «Reference Manual for METTLER TOLEDO Standard Interface Command Set (MT-SIGS)» (référence 11780409).

Dans une mesure test, les cinq critères de coupure préprogrammés (autrement dit perte de poids par unité de temps) sont mesurés dans l'ordre et documentés sur une imprimante (ou un ordinateur). Dans le présent exemple, les mesures de test ont été effectuées avec de la farine blanche à 90, 110, 130 et 150 °C. La teneur en humidité de référence du même échantillon, déterminée lors de mesures répétées à 103 °C dans le four de séchage, sert de base pour les analyses ultérieures et apparaît sous forme de droite horizontale sur le graphique. La température de la méthode du four convient en général bien pour obtenir un point de repère sur le comportement au séchage d'un échantillon. Il est facile à reconnaître que pour une température de séchage de 90 °C, la teneur en humidité déterminée à l'aide du four de séchage, n'est obtenue qu'après un temps prolongé. Cette température est par conséquent choisie trop faible. A l'opposé, la courbe de séchage coupe à une température de 150 °C la teneur en humidité de référence avec un angle très obtus (perte élevée de poids par unité de temps), ce qui, en règle générale, entraîne une répétabilité médiocre des résultats d'analyse (l'échantillon n'est pas encore tout à fait sec ou se décompose très rapidement). Une température idéale de séchage sera donc placée plus bas.

Les deux autres courbes (110 °C et 130 °C) indiquent de bons résultats et coupent la ligne de la teneur en humidité de référence avec un angle très aigu, autrement dit, avec une très faible perte de poids par unité de temps.

### **Exploitation graphique des données des critères de coupure**

Les résultats des différents critères de coupure des diverses mesures de test sont représentés sous forme graphique (figure 2). Ce faisant, la teneur en humidité de l'échantillon est relevée par rapport à la température de séchage et les résultats des critères de coupure apparaissent sous forme de points sur le graphique. Le point 110/2 représente par exemple la teneur en humidité de la farine, déterminée pour une température de séchage de 110 °C et avec le critère de coupure automatique 2. La droite horizontale sur le graphique correspond à nouveau au résultat attendu à partir de la méthode de référence. Les points d'intersection des cinq courbes avec la droite de référence montrent les réglages possibles de la combinaison température/critère de coupure. Tous ne sont pas rationnels. Les réglages possibles sont par exemple 110/3 ou 130/2. Bien entendu, les réglages intermédiaires entre ces deux

points sont aussi possibles (p. ex. 120 °C et un critère de coupure libre) et doivent être trouvés par des essais.

Habituellement, les critères de coupure 3 et 4 mènent à des résultats d'une bonne répétabilité pour en même temps de courtes durées d'analyse.

### **Ajustement fin des méthodes**

Pour justifier la répétabilité des résultats (valeur moyenne et écart type) et la satisfaction des exigences concernant la précision voulue, plusieurs mesures basées sur les réglages sélectionnées doivent être effectuées. Si le facteur temps est plus important que la répétabilité, une température plus élevée peut être choisie. Si à une température élevée, un échantillon se décompose rapidement, sélectionner une température plus basse pour des résultats plus fiables.

### **Remarques**

Les critères de coupure 1 et 2 ne doivent être utilisés que dans les

cas exceptionnels, autrement dit, lorsque le facteur vitesse est plus important que la répétabilité.

Le critère de coupure libre du HR73 peut aussi servir pour la sélection de réglages intermédiaires. Ceci garantit une corrélation plus précise du résultat avec celui de la méthode de référence. Pour mesurer un échantillon dont les caractéristiques de séchage sont inconnues, il est recommandé de commencer avec la détermination des valeurs de courbe à 80, 100, 120, 140 et 160 °C. L'approximation des résultats, citée plus haut, n'est nécessaire que dans le cas où les échantillons présentent une décomposition thermique (avant tout pour les substances avec une forte teneur en graisse ou en solvant). Du fait du processus de décomposition, on constate une perte supplémentaire de poids (allure asymptotique du séchage, chap. 5.3) après évaporation totale de l'eau. Dans tous les autres cas, une température élevée garantit à chaque fois des résultats rapides et fiables.

Figure 1 : Détermination de l'humidité de la farine blanche à différentes températures. On relève la teneur en humidité par rapport à la durée de séchage. La teneur en humidité du même échantillon (analysé avec la méthode de référence), est enregistrée sur une ligne horizontale et sert de base pour les exploitations ultérieures.

Figure 2: Les résultats des critères de coupure sont relevés par rapport à la température de séchage. Il est ainsi possible de trouver la combinaison idéale entre le critère de coupure et la température.

## 5.7 Que faire, si?

Le tableau ci-dessous présente des propositions de solution pour différentes catégories de problèmes.

## 5.8 Exemples d'applications

Le tableau montre une série d'exemples d'application, élaborés pour les Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO. Les données donnent les premiers renseignements sur le réglage possible des paramètres de séchage, afin d'obtenir rapidement des résultats semblables, comme mesurés dans le four de séchage. Les réglages doivent d'ailleurs, dans un cas isolé, toujours être contrôlés et adaptés à l'échantillon spécifique. Vous trouverez d'autres exemples et actualisations sur Internet, à l'adresse:

<http://www.mt.com/moisture>.

Tableau: Exemples d'application du Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO

### Préparation des échantillons:

Numéro	Description
1	Peser un récipient de pesage (séché au préalable), répartir la quantité d'échantillon du produit correspondant uniformément dans le flacon, peser, puis placer dans le four de séchage
2	Faire sécher la coupelle aluminium avec 10 g de sable de mer (ou sable de quartz) et la tige de verre dans le four (env. 1 heure à 130°) et peser; verser l'échantillon à l'aide d'une pipette et bien mélanger, peser; faire épaissir pendant 45 minutes à 90° dans le four, puis placer dans le four de séchage
3	Accessoires utilisés: coupelle aluminium, filtre en fibres de verre, pipette; répartir l'échantillon liquide uniformément sur le plateau à l'aide d'une pipette, puis couvrir avec un filtre en fibres de verre
4	Faire sécher la coupelle aluminium avec 10 g de sable de mer (ou sable de quartz) et la tige en verre dans le four, peser, appliquer le liquide échantillon avec une pipette, peser, puis rajouter 5 g d'eau propre et mélanger; avant séchage dans l'étuve, faire épaissir pendant 30 minutes dans l'étuve à 90°
5	Moudre l'échantillon dans un moulin refroidi à l'eau (2 fois 5 s, avec 20 s de pause entre les deux), puis verser 5 g de l'échantillon moulu dans un récipient de pesage préséché et répartir uniformément; puis placer dans l'étuve à 130°
6	Faire sécher la coupelle aluminium avec 10 g de sable de mer (ou sable de quartz) et la tige de verre dans le four, peser, appliquer l'échantillon avec une pipette, peser, puis rajouter 10 g d'eau propre et mélanger; avant séchage dans l'étuve, faire épaissir pendant 30 minutes dans l'étuve à 90°
7	Faire sécher la coupelle aluminium avec 20 g de sable de mer (ou sable de quartz) et la tige de

	verre au four (env. 1 heure à 130°) et peser; rajouter l'échantillon avec une pipette et bien le mélanger avec le sable, peser; puis placer dans l'étuve
8	Accessoires utilisés: coupelle aluminium, filtre en fibres de verre, pipette; répartir l'échantillon liquide uniformément sur le plateau à l'aide d'une pipette, puis couvrir avec le filtre en fibres de verre (temp. 1: 180°, temps 1: 3 min.; temp 2: 105°, temps 2: 2 min.; température finale: 77°)
9	Peser la coupelle aluminium avec la tige de verre, verser et peser le liquide échantillon, puis rajouter 5 g d'eau propre et mélanger; avant le séchage proprement dit dans l'étuve, faire épaissir pendant 30 minutes au four à 90°
10	Accessoires utilisés: coupelle aluminium, filtre en fibres de verre, cuillère; répartir l'échantillon visqueux uniformément sur le plateau à l'aide d'une cuillère, puis couvrir avec un filtre en fibres de verre
11	Faire sécher la coupelle aluminium avec 20 g de sable de mer (ou sable de quartz) et la tige de verre dans le four (env. 1 heure à 130°) et peser; puis rajouter l'échantillon et bien mélanger, peser; faire épaissir pendant 30 minutes à 90° au four, puis placer dans le four de séchage
12	Peser le plateau à échantillons, répartir l'échantillon de matière uniformément sur le plateau, démarrer la mesure d'humidité
13	Moudre l'échantillon dans un moulin refroidi à l'eau, (2 fois 5 s, avec 20 s de pause entre les deux), puis répartir uniformément 3 g de l'échantillon moulu dans une coupelle aluminium
14	Faire sécher la coupelle aluminium avec 20 g de sable de mer (ou sable de quartz) et la tige de verre dans le four (env. 1 heure à 130°) et peser; puis rajouter l'échantillon et peser; ensuite rajouter 10 g d'eau propre, bien mélanger et faire épaissir pendant 30 minutes au four à 90°, puis placer dans le four de séchage
15	Accessoires utilisés: coupelle aluminium, filtre en fibres de verre, cuillère; répartir l'échantillon uniformément sur le plateau à l'aide d'une cuillère, puis le couvrir avec un filtre en fibres de verre; démarrer le programme de mesure d'humidité (temp. 1: 180°, temps 1: 3 min.; temp. 2: 105°, temps 2: 2 min.; température finale: 77°)
16	Sécher la coupelle aluminium avec 20 g de sable de mer (ou sable de quartz) et la tige de verre au four (env. 1 heure à 130°) et peser; puis rajouter l'échantillon et peser; ensuite rajouter 5 g d'eau propre, bien mélanger et faire épaissir pendant 30 min. au four à 90°, puis placer dans le four de séchage
17	La viande a été hachée dans un moulin refroidi à l'eau (2 fois 5 s, avec 20 s de pause entre les deux), a été bien mélangée dans une coupelle aluminium avec 20 g de sable de quartz (et une tige de verre pour le mélange) puis placée dans l'étuve
18	La préparation s'effectue comme pour la méthode de l'étuve, sauf que la chair hachée est répartie uniformément sur la coupelle aluminium à l'aide d'une cuillère

19	La viande de porc a été passée 2 fois à travers le hache-viande, a été bien mélangée sur une coupelle aluminium avec 20 g sable de quartz (avec une tige de verre), puis a été placée dans l'étuve
20	Couper les grains de raisin 3 à 4 fois à l'aide d'un scalpel et les répartir uniformément sur la coupelle aluminium
21	Presser les grains de raisin avec un pilon directement dans la coupelle aluminium (et retirée de la balance) et les répartir uniformément

### Déroulement:

a	Sécher au four (pendant 3 heures), puis laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, peser, puis sécher au four pendant 1 heure, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser, puis sécher à nouveau 1 heure dans le four, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser
b	Sécher au four (pendant 1,5 heures), puis laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, peser, puis sécher au four pendant 1 heure, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser, puis sécher à nouveau 1 heure dans le four, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser
c	Sécher au four (pendant 2 heures), puis laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, peser, puis sécher au four pendant 1 heure, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser, puis sécher à nouveau 1 heure dans le four, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser
d	Sécher au four (pendant 3 heures), puis laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, peser, puis sécher au four pendant 1 heure, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser, puis sécher à nouveau 4,5 heures dans le four, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser
e	Sécher au four (pendant 4 heures), puis laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, peser, puis sécher au four pendant 1 heure, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser, puis sécher à nouveau 4,5 heures dans le four, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser
f	Sécher au four (pendant 3 heures), puis laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, peser, puis sécher au four pendant 1 heure, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser, puis sécher à nouveau 6 heures dans le four, laisser refroidir dans le dessiccateur, peser

### Programmes de température:

s	Séchage par paliers (temp. 1: 180°, durée 1: 3 min.; temp. 2: 105°, durée 2: 2 min.; température finale: 77°)
t	Séchage doux (rampe: 3 minutes), température finale: 155°
u	Séchage par paliers (temp. 1: 180°, durée 1: 3 min.; temp. 2: 105°, durée 2: 2 min.; température finale: 77°)
v	Séchage doux (rampe: 3 minutes), température finale: 160°

## 6. Sécurité

Les mesures de sécurité sont décrites en détail dans le mode d'emploi du Halogen Moisture Analyzer.

Toutes les informations d'utilisation et de mise en application contenues dans cette brochure sont données en âme et conscience. Nous déclinons formellement toute responsabilité pour les dommages qui résulteraient de cette brochure d'application ou qui apparaîtraient lors de son utilisation. Cette exclusion de la responsabilité s'applique aussi aux éventuels droits, de quelque nature que ce soit et issus de protections de la propriété industrielle. Cette brochure fait partie de l'équipement livré avec le Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO.

## 7. Protection de l'environnement

### Consommation d'énergie

Une courte durée de mesure réduit la consommation de courant. Par souci d'économie et d'écologie, essayez de réduire autant que possible la durée de mesure.

### Entretien

Maintenez votre appareil propre et respectez les consignes d'entretien. Vous prolongerez ainsi sa durée de vie, réduirez le volume de déchets et les frais de réparation.

### Porte-échantillon en aluminium

Les porte-échantillon en aluminium usagés doivent être éliminés de manière appropriée. Il est toujours possible d'utiliser des coupelles porte-échantillon lavables et réutilisables.

## 8. Systèmes qualité

Les entreprises multinationales, qui disposent de différents sites de production et ont une réputation de qualité bien établie, sont tribu-

naires d'instruments de mesure donnant des résultats fiables et reproductibles indépendamment du lieu et de la date de la mesure. Au niveau local, les fournisseurs et les clients conviennent de plus en plus souvent de la qualité des produits, sur la base de la confiance réciproque.

Des lois plus sévères dans le domaine de la responsabilité produit et une concurrence plus rude sont observées. La gestion de la qualité acquiert par conséquent une importance vitale pour toutes les entreprises. Les fonctions du Halogen Moisture Analyzer METTLER TOLEDO sont conçues de manière à s'intégrer aisément aux systèmes qualité ISO 9000, BPL et BPF. Ces fonctions sont décrites ci-après.

### Qualification des appareils

Les résultats de mesure doivent être comparables. Ceci conduit à des processus constants et maîtrisés et ainsi à une qualité constante des produits. Afin que cette exigence soit satisfaite, les instruments de mesure doivent être qualifiés pour une tâche déterminée. METTLER TOLEDO en tant que fabricant des Halogen Moisture Analyzer, se charge de la qualification des spécifications et la qualification de la construction. Les quatre niveaux de qualification devant être documentés par l'utilisateur (le cas échéant assisté par l'organisation de service après-vente METTLER TOLEDO sur site) sont:

Qualification de la conception (QC)	Définition des caractéristiques
Qualification de l'installation (QI)	Installation sur site
Qualification de fonctionnement (QF)	Étalonnage (certification)
Qualification de la performance (QP)	Test avec des standards connus

Pour la documentation de ces étapes de qualification, un journal de qualité est très utile. Si besoin est, vous pouvez demander le «journal pour les dessiccateurs halogènes» auprès de votre agence locale METTLER TOLEDO.

### Étalonnage

La partie balance du Halogen Moisture Analyzer peut à tout instant être étalonnée par un poids certifié. Pour l'étalonnage du système chauffant, METTLER TOLEDO applique un tout nouveau standard. La source à halogène est étalonnée par une méthode fiable, à

100 °C et 160 °C. Cet étalonnage peut être effectué à tout moment et facilement, c'est-à-dire sans connaissances particulières, à l'aide d'un thermomètre de précision. Ce thermomètre est aussi disponible en version certifiée et garantit ainsi un raccordement avec les étalons internationaux. L'utilisateur est ainsi assuré que le taux d'humidité est déterminé partout sous les mêmes conditions de séchage. L'étalonnage de la balance et de l'unité de séchage est documenté de manière retraçable par l'imprimante.

**Documentation des valeurs de mesure** L'imprimante intégrée satisfait pleinement au principe de traçabilité des valeurs de mesure qui sous-tend tous les systèmes qualité. Le compte rendu imprimé contient toutes les informations importantes telles la date, l'heure, le numéro d'appareil, le numéro d'échantillon, les réglages de l'appareil, les données brutes, les résultats ainsi que les unités correspondantes. Le compte rendu est chimiquement et thermiquement stable et peut être archivé durablement.

**Sécurité d'emploi** Le Halogen Moisture Analyzer a été conçu en vue d'offrir des fonctionnalités simples et claires. Pour obtenir une sécurité d'emploi maximale, le Halogen Moisture Analyzer peut être protégé contre un dérèglement accidentel par blocage partiel du clavier. La protection étant active, seules les touches Start, Stop et Tare restent actives. Dans le cas du HR73, une base de données compacte mémorise tous les paramétrages pour différentes substances sous un nom choisi par l'utilisateur. Ce qui permet pratiquement d'exclure les mauvais réglages en cas de changement de substance. La base de données tient un journal chronologique par substance. Ce journal peut être imprimé.

**Système informatique de laboratoire** De plus en plus d'entreprises optent pour un système informatique de laboratoire (LIMS) pour améliorer la qualité des données de laboratoire. L'interface RS232C, très performante, permet une communication bidirectionnelle entre le LIMS (ordinateur, réseau, serveur, logiciel) et le Halogen Moisture Analyzer. Tous les réglages peuvent être effectués à travers l'interface. Les résultats, journaux quotidiens et réglages d'appareil peuvent être lus par l'ordinateur.