

11 Généralités sur la détermination du taux d'humidité

11.1 Application

Dans tous les domaines, où l'on rajoute ou où l'on ôte de l'humidité aux produits pendant le processus de production, il est extrêmement important de pouvoir déterminer rapidement le taux d'humidité. Dans le cas d'innombrables produits, le taux d'humidité est aussi bien une caractéristique de qualité qu'un important facteur de coûts. Dans le cadre du commerce des produits industriels ou agricoles, ainsi que dans le cas de produits chimiques ou du domaine agroalimentaire, des valeurs limites fixes du taux d'humidité sont souvent définies par des normes ou accords de livraison.

11.2 Principes de base

Par humidité il ne faut pas seulement entendre de l'eau, mais toute substance qui se volatilise sous l'effet de la chaleur. En plus de l'eau il faut y compter également

- Graisses
- Huiles
- Alcool
- Solvants
- etc...

Il y a différentes méthodes pour déterminer l'humidité d'un matériau.

KERN MLS met en œuvre la thermogravimétrie. Cette méthode consiste à peser l'échantillon avant et après le réchauffement, afin d'évaluer l'humidité du matériau à partir de la différence.

La méthode conventionnelle en étuve fonctionne selon le même principe, à l'exception toutefois que la durée de la mesure est bien plus longue avec cette méthode. Avec la méthode en étuve, l'échantillon est réchauffé par un courant d'air chaud de l'extérieur vers l'intérieur pour en retirer l'humidité. Le rayonnement mis en œuvre par KERN MLS pénètre en majeure partie dans l'échantillon pour y être transformé en énergie calorifique, le réchauffement s'étend de l'intérieur vers l'extérieur. Une infime partie de rayonnement est réfléchi par l'échantillon, cette réflexion est plus faible sur les échantillons sombres que sur les échantillons clairs. La profondeur de pénétration du rayonnement dépend de la perméabilité de l'échantillon. Sur les échantillons à faible perméabilité, le rayonnement ne pénètre que dans les couches supérieures de l'échantillon, ce qui peut conduire à un séchage incomplet, à la formation de croûtes ou à la combustion. C'est pour cette raison qu'il est primordial de préparer soigneusement les échantillons.

11.3 Mise en conformité avec la méthode de mesure existante

Souvent KERN MLS remplace une autre méthode de déshydratation (p. ex. en autoclave), KERN MLS alliant la simplicité des commandes à des temps de mesure plus courts. Pour cette raison le procédé de mesure conventionnel doit s'aligner sur KERN MLS afin de permettre d'obtenir des résultats comparables.

- Réalisation de mesures parallèles
Réglage à une plus faible température sur KERN MLS que pour la méthode en autoclave
- Le résultat de KERN MLS ne coïncide pas avec la référence
 - Répétez la mesure en changeant le réglage de la température
 - Faire varier les critères de coupure

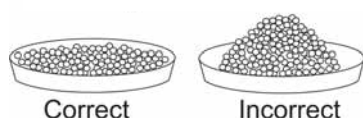
11.4 Préparation de l'échantillon

Ne préparez toujours qu'un seul échantillon à la fois pour la mesure. Ceci évite que l'échantillon puisse échanger de l'humidité avec l'environnement. Si plusieurs échantillons doivent être tirés en même temps, ces échantillons devraient être emballés dans des boîtes hermétiques à l'air afin qu'ils ne puissent pas subir de variations en cours d'entreposage.

Répartissez l'échantillon en couches uniformes et fines sur la cuvette porte-échantillon pour obtenir des résultats reproductibles.

Un manque d'uniformité entraîne une répartition non homogène de la chaleur et à son tour un séchage incomplet ou un prolongement du temps de mesure. Un plus fort réchauffement au niveau des couches supérieures est provoqué par la mise en tas de l'échantillon, ce qui a comme conséquence des combustions ou des formations de croûtes. La grande épaisseur des couches ou d'éventuelles formations de croûtes empêchent l'humidité de s'échapper de l'échantillon. L'humidité résiduelle a comme conséquence que les résultats des mesures ainsi acquis ne peuvent pas être menés à bien et ne sont pas reproductibles.

Préparation d'un échantillon pour matériau en vrac:

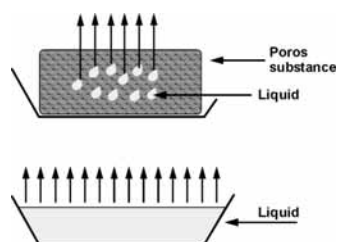


Une préparation particulière n'est pas nécessaire pour les matériaux en vrac.

Répartir les échantillons poudreux et granuleux de manière égale sur le plateau à échantillon.

Concassez évt. les échantillons à granules de grande taille (moudre, broyer au mortier).

Préparation des échantillons pour les liquides:

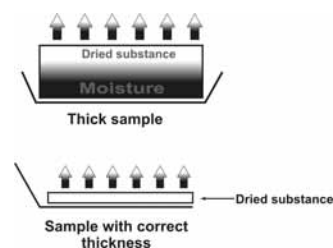


Ici aucune préparation particulière des échantillons est nécessaire

Appliquer les échantillons collants et visqueux sous forme de couche fine. Il est conseillé d'employer des filtres à fibres de verre.

Les pertes de poids par des éclaboussures peuvent être évitées en recouvrant l'échantillon par un filtre à fibres de verre. Si l'on emploie un filtre à fibre de verre, alors son poids doit être retranché lors du tarage de la balance.

Préparation des échantillons pour les solides:



Nous recommandons ici une préparation spéciale des échantillons. La déshydratation, en particulier le temps de déshydratation dépendant de la surface ainsi que de l'épaisseur de l'échantillon.

11.5 Matériau de l'échantillon

Les échantillons ayant les caractéristiques suivantes peuvent être normalement testés facilement:

- Matières solides s'écoulant, en granules voire poudreuses
- Matériaux thermiquement stables, qui libèrent facilement l'humidité à déterminer, sans que toutefois d'autres substances se libèrent
- Les liquides qui se vaporisent jusqu'à obtention de la matière déshydratée, sans formation de peau

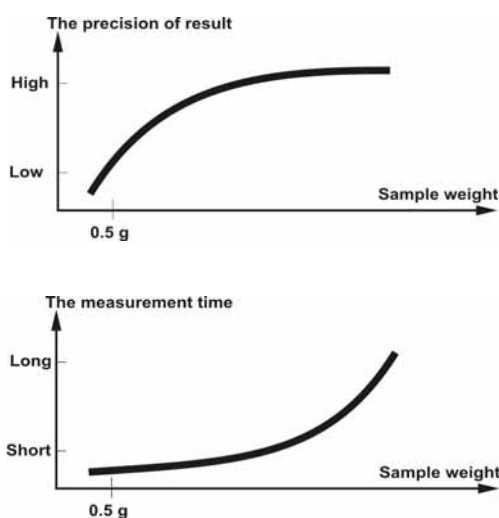
La détermination des échantillons suivants peut s'avérer difficile:

- substances visqueuses / collantes
- substances qui forment des croûtes lorsqu'elles sèchent ou qui tendent à former une peau
- des substances se décomposent chimiquement facilement lorsqu'elles sont chauffées ou libèrent des composants

11.6 Taille des échantillons/ pré-pesage

La répartition et l'homogénéité de l'échantillon influent fortement sur le temps de déshydratation et la précision pouvant être obtenue. Deux requis contraires en résultent:

Plus un pré-pesage est léger, plus courts seront les temps de déshydratation susceptibles d'être obtenus.



Mais plus lourd est le pré-pesage, plus précis sera le résultat (exemple d'un échantillon aux caractéristiques idéales):

pré-pesage	Reproductibilité
0,5g	±0,6%
1g	±0,3%
2g	±0,15%
5g	±0,06%
10g	±0,03%

11.7 Température de déshydratation

Les facteurs d'influence suivants doivent être pris en compte lors du réglage de la température de déshydratation:

Surface de l'échantillon:

Les échantillons liquides ou appliqués en couches ont une surface transmettant l'énergie calorifique inférieure à celle des échantillons poudreux ou granuleux. L'emploi d'un filtre à fibre de verre améliore l'action de la chaleur.

Couleur de l'échantillon:

Les échantillons clairs réfléchissent plus de rayonnements calorifiques que les échantillons sombres et nécessitent ainsi une température environnante supérieure.

Présence de substances volatiles:

Plus les substances volatiles et l'eau se libèrent rapidement, plus il est possible de régler une basse température de déshydratation. Si l'eau se libère difficilement (par exemple dans le cas de matières synthétiques), alors il faut libérer l'eau à une température supérieure (plus la température est haute plus la pression de la vapeur d'eau est forte).

Il est possible d'obtenir les mêmes résultats avec différentes méthodes de détermination du taux d'humidité (par exemple compartiment de déshydratation), en optimisant les paramètres de réglage comme la température, le niveau de chauffage et les critères d'arrêt.

11.7.1 Température de déshydratation supérieure à 160 °C (exclusivement MLS 50-3HA250N)

Le temps de chauffage est limité pour les mesures dans les gammes de température entre 161°C – 250°C, 1 heure jusqu'à 161°C et 20 minutes à 250°C.

La température max. de 250°C maintenue pendant 20 minutes, puis la température est automatiquement abaissée pendant 20 minutes à 160°C (sans que le processus de déshydratation ne soit interrompu).

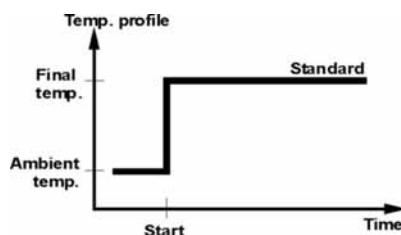
11.8 Description des profils de chauffage

Quatre profils de chauffage sont disponible pour la suite:

- standard
- vite
- soft (doux)
- déshydratation par paliers

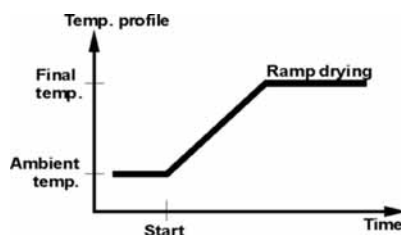
Déshydratation standard

La déshydratation standard est le processus de déshydratation le plus souvent employé. Ce type de méthode de chauffage est adapté pour la plupart des substances.



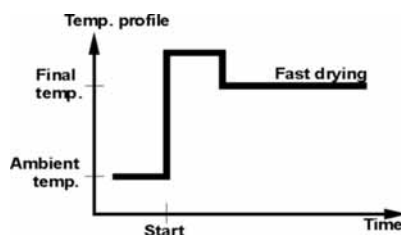
Déshydratation soft

La méthode de chauffage douce (soft) est particulièrement adaptée pour les substances qui supportent un chauffage rapide grâce aux radiateurs. Il existe également des substances qui forment une peau lorsqu'elles sont chauffées; cette peau influence ensuite la vaporisation de l'humidité qui se retrouve ainsi enfermée. Pour de telles substances, il est également recommandé d'employer le réchauffement soft.



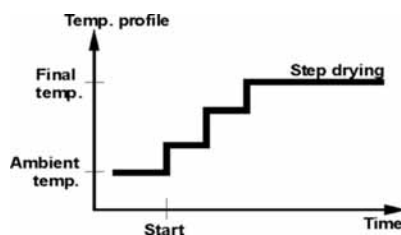
Déshydratation rapide

Le profil de chauffage rapide peut être employé pour un taux d'humidité entre 5% et 15%. La température augmente très rapidement et dépasse pendant un bref laps de temps la température de déshydratation pré-réglée. Ensuite, la température redescend à la valeur pré-réglée de la température. L'échantillon doit contenir suffisamment d'humidité.



Déshydratation par paliers

La déshydratation par paliers peut être employée pour des substances ayant un comportement spécial lors de l'augmentation de leur température. Les différents paliers peuvent être choisis selon la durée et l'ampleur de chaque palier. Les échantillons devraient avoir un taux d'humidité de 15% au minimum.



11.9 Recommandations / valeurs directives

Préparer un échantillon standard:

- Si cela s'avère nécessaire, broyer l'échantillon et le répandre de manière régulière sur le plateau à échantillon.

Préparer des échantillons spéciaux:

- Dans le cas de matériaux sensibles ou qui se laissent difficilement répandre (par exemple le mercure) il est possible d'employer un filtre à fibre de verre.
- Répandre alors l'échantillon de manière égale sur le filtre à fibre de verre et le recouvrir d'un autre filtre à fibre de verre.
- Le filtre à fibre de verre peut également être employé en guise de protection dans le cas de matériaux éclaboussants (chaque éclaboussure qui s'échappe fausse le résultat).

MATERIAU	Poids de l'échantillon (g)	Température de séchage (° C)	Intervalle de contrôle de données (s)	% humidité % solides	Temps de déshydratation (min)
Morceau de pomme sèche	5-8	100	10	76.5	10-15
Pomme humide	5-8	100	10	7.5	5-10
Beurre	2-5	138	15	16.3	4.5
Moutarde	2-3	130	20	76.4	10
Café moulu	2-3	106	5	2.8	4
Corn Flakes	2-4	120	15	9.7	5-7
Yaourt	2-3	110	15	86.5	4.5-6.5
Poudre de cacao	2-3	106	20	0.1	2
Margarine	3-4	138	20	16	10
Poudre de lait	2-4	90	15	5	6
Vin rouge	3-5	100	15	97.4	15-20
Huile de tournesol	10-14	138	20	0.1	2
Sucre	4-5	138	15	11.9	10
Lait	2-3	120	15	88	6-8
Farine	8-10	130	10	12.5	4-5
Ciment	8-12	138	15	0.8	4-5
Papier	2-4	106	20	6.4	10