

Développement d'une référence française pour la mesure de l'humidité dans les solides

1. Présentation scientifique et technique du projet

1.1. Contexte

Historiquement, le Centre Technique Industriel qu'est le CETIAT a vu sa création s'adosser aux industriels fabricants de matériel de chauffage, ventilation, conditionnement d'air, dépoussiérage, filtration, humidification de l'air, séchage. De ce fait, au travers de la thématique du séchage, le CETIAT conduit des activités d'études sur les procédés de séchage en termes de conception, modélisation, efficacité énergétique et optimisation. Ainsi les premiers travaux du LNE-CETIAT, sur la thématique de la mesure d'humidité dans les solides, datent du début des années 90. Ceux-ci portaient sur l'évaluation de matériels de mesures utilisables sur les lignes des procédés de fabrication. Au cours des dix dernières années, le travail mené sur cette thématique a davantage suivi une approche métrologique au travers de l'implémentation de méthodes de référence et le développement d'un instrument utilisant des techniques micro-ondes et hautes fréquences.

1.2. Positionnement de la problématique et contexte industriel

Dans les secteurs industriels tels que l'agro-alimentaire, le pharmaceutique, le textile, le papier, les matériaux composites, les matériaux polymères, les procédés de fabrication sont influencés par la teneur intrinsèque en humidité des produits manufacturés. Ainsi, les erreurs de mesure, ou de contrôle, de la teneur en humidité des produits, ou procédés, peuvent conduire à une diminution de la durée de vie et/ou de préservation, une détérioration des propriétés mécaniques telle qu'une baisse de la ductilité, une dégradation de la pureté, une augmentation des produits rebutés, une augmentation de l'énergie consommée lors de l'élaboration.

L'ensemble des techniques actuellement disponibles, pour permettre la mesure de l'humidité dans les solides, présente une grande variété de principes de mesure. L'utilisation de ces différentes techniques conduit, dans de nombreux cas, à des mesurands différents tant du point de vue de la grandeur mesurée, intégrant ou non les composés organiques volatiles ou

d'autres effets parasites, que de l'identification du type de liaison entre l'eau et la matrice solide (eau "libre", eau "liée") ou de la profondeur de pénétration, au sein du matériau (à cœur, en surface), selon la technique employée.

Cette situation conduit parfois à l'impossibilité d'assurer la traçabilité au SI entre, d'une part, des instruments et techniques de mesure utilisés dans l'industrie, et d'autre part, des instruments et techniques de référence utilisés dans les laboratoires nationaux de métrologie ou laboratoires d'étalonnage.

1.3. Les mesures dans l'industrie

En se concentrant sur les procédés industriels où l'humidité dans le produit fini a un rôle clé, il est possible de faire la synthèse de la mesure d'humidité de la façon suivante:

| Typologie de mesure | Observations |
|----------------------------|---|
| In-line | L'instrument de mesure est placé directement dans le procédé et sert à le piloter; généralement il implique un temps de mesure très court |
| Off-line | La mesure est faite par un instrument, placé dans un environnement contrôlé, sur des échantillons prélevés au cours du procédé, généralement le temps de mesure long (typiquement >1 h) |
| At-line | La mesure est faite par un instrument, placé à proximité immédiate, sur des échantillons prélevés au cours du procédé, généralement le temps de mesure modérément long (typiquement <1 h) |
| On-line | La mesure, généralement automatisée, est faite par un instrument connecté de façon intermittente sur le procédé, généralement le temps de mesure est court (typiquement <20 min) |

Tableau 1 – Les différentes configurations de la mesure industrielle d'humidité dans les solides

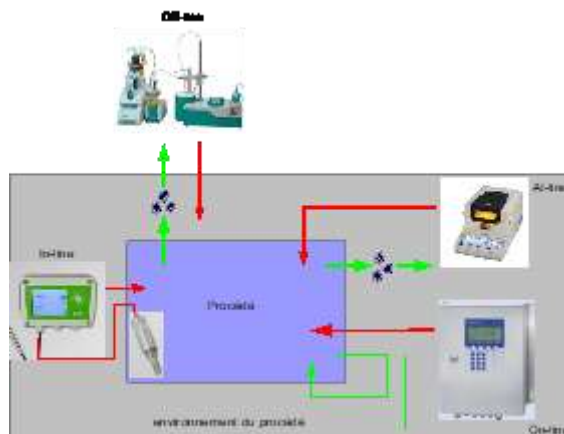


Figure 1 – In-line, Off-line, At-line, On-line, illustration

Il apparaît que les mesures de type Off-line et At-line peuvent être souvent contrôlées métrologiquement et sont, la plupart du temps traçables au S.I. en raison de l'instrumentation déployée : titration par méthode Karl Fisher, étuvage et pesée ou encore analyse thermogravimétrique.

Les résultats des mesures In-line sont souvent le résultat d'un réglage plus ou moins empirique du procédé et les industriels mettent en avant l'utilisation, en relatif, du résultat de mesure pour contrôler une éventuelle dérive du procédé. Dans les procédés où l'humidité est un paramètre servant à piloter la production, l'instrumentation déployée peut être un hygromètre à variation d'impédance placé dans l'air environnant le procédé. Il est à noter que parfois, quoique que l'humidité soit un paramètre important dans le procédé, celle-ci n'est pas nécessairement mesurée directement. Elle peut être déduite à partir de la connaissance empirique du procédé et de paramètres tels que la température, la vitesse de défilement du produit ou la puissance de chauffage par exemple.

Les mesures de type On-line présentent un attrait fort en raison de la rapidité d'obtention du résultat de mesure et de la possibilité de coupler le résultat avec la boucle de régulation du procédé. Toutefois l'instrumentation déployée présente souvent quelques difficultés quant à la réalisation d'une opération d'étalonnage.

1.4. Les mesures hors procédés industriels

Outre les procédés industriels, la mesure de l'humidité dans les solides concerne également un large pan d'activités liées aux essais, à la caractérisation de matériaux ou au contrôle qualité des produits.

Un certain nombre de secteurs industriels, tels que le papier, le bois, l'agro-alimentaire, ont recours à la méthode de l'étuvage associée à la pesée. Toutefois la déclinaison pratique du

protocole de mesure se décline en de nombreuses normes sectorielles et adaptées au produit ou matériau testé.

Parallèlement à ces secteurs d'activité où des méthodes primaires sont déployées, de nombreuses situations mettent en œuvre des méthodes secondaires dont l'étalonnage, par comparaison à une méthode de référence, ne peut être fait en raison des différences de mesurande. Ces situations renforcent le sentiment de manque de fiabilité des méthodes et interrogent les utilisateurs sur l'étalonnage de leurs matériels.

2. Objectifs scientifiques et techniques

Les objectifs sont :

- Implémentation d'un appareil de titration de type Karl Fischer (typiquement de 10 µg à 200 mg d'eau)
- Développement d'une cellule de mesure pour mesurer l'activité de l'eau (typiquement de 0,1 à 0,9 sur la gamme de température allant de +10 °C à +50 °C)
- Développement d'une cavité résonnante pour les mesures de permittivité électrique sur la gamme de température allant de +10 °C à +50 °C
- Développement d'un dispositif expérimental pour tracer les courbes de sorption/désorption des matériaux étudiés
- Préparation d'un dossier d'accréditation à l'issue du projet

3. Profil recherché

Les compétences attendues pour cette thèse sont :

- Physique et électro-magnétisme
- Thermodynamique
- Mesures physiques appliquées
- Instrumentation
- Programmation / informatique industrielle
- Métrologie
- Aisance relationnelle, rédaction de rapports techniques, autonomie
- Anglais scientifique et technique écrit et parlé

Contact pour transmission des CVs et lettres de motivation : eric.georgin@cetiat.fr, (tél. 04.72.44.49.89).