



Una guida all'analisi del contenuto di umidità



Ingenuously Practical

Sommario

1. Introduzione al contenuto di umidità e panoramica delle tecniche di misurazione	4
Definizione del contenuto di umidità	4
Definizione di analisi termogravimetrica dell'umidità	4
Confronto tra riscaldamento alogeno e resistenze metalliche	5
2. Installazione e configurazione iniziale - Selezione di una posizione.	6
Selezione di una posizione	6
Configurazione iniziale	6
3. Determinazione dell'umidità mediante un analizzatore di umidità serie MB.	7
Definizione di metodo.	7
Parametri del metodo	8
Preparazione del campione	10
4. Introduzione rapida: considerazione del campione e sviluppo del metodo	11
5. Pulizia e manutenzione	14
6. Appendice.	16
Tabella delle applicazioni - Metodi campione	16
Risoluzione dei problemi	18
Suggerimenti aggiuntivi per l'utilizzo di un analizzatore di umidità	18
Studio di caso 1: omogeneità del campione.	19
Riferimenti	19

1. Introduzione al contenuto di umidità e panoramica delle tecniche di misurazione

Definizione del contenuto di umidità

L'acqua è essenziale per la vita; svolge un ruolo fondamentale per le funzioni fisiche e chimiche del nostro corpo, il cibo che mangiamo e i materiali che ci circondano. In molti settori è importante, se non fondamentale, misurare il contenuto di acqua delle sostanze per valutarne la qualità, adattare i processi di produzione e assicurare che i prodotti soddisfino norme e linee guida. La quantità di acqua determina inoltre la durata di conservazione e la stabilità di molti prodotti: per esempio, la presenza di acqua nel cibo ha un effetto notevole sulla sua suscettibilità all'attività chimica, enzimatica e microbica.

Il contenuto di acqua è inoltre importante per la lavorazione e la gestione di:

- cosmetici;
- prodotti farmaceutici;
- cibo;
- prodotti per la cura personale;
- prodotti di carta e polpa di carta;
- prodotti chimici speciali.

La misurazione della quantità di acqua contenuta in alcuni materiali può essere molto difficile a causa della complessità della molecola dell'acqua e delle sue capacità di creare legami intermolecolari forti. Nella maggior parte dei casi, la misura dell'acqua è meglio definita come la misura **del contenuto di umidità, a sua volta definito come la massa di acqua per massa di unità di materiale secco.**

Gli analizzatori di umidità della serie MB (o termobalance) di OHAUS consentono di misurare l'umidità termogravimetricamente. L'analisi termogravimetrica dell'umidità definisce l'umidità come la perdita di massa osservata quando il campione viene riscaldato ed è basata, in teoria, sull'evaporazione dell'acqua durante il processo di essiccamento; questa misura non distingue la perdita della massa dell'acqua dalla perdita di componenti volatili o dalla decomposizione del campione. **Per questo motivo, il contenuto di umidità come misurato dalle tecniche termogravimetriche include tutte le sostanze che evaporano quando si riscalda un campione e viene misurato come perdita di massa durante la procedura di riscaldamento. Per questo, utilizziamo il termine "contenuto di umidità" anziché "contenuto d'acqua" quando si usa un dispositivo termogravimetrico.**

Definizione di analisi termogravimetrica dell'umidità

Il contenuto di umidità influenza la massa, la densità, la viscosità, l'indice di rifrazione e la conduttività elettrica dei materiali. I metodi per verificare il contenuto di umidità si basano su una o più di queste proprietà fisiche o chimiche. Le misure dirette prendono in esame la presenza di acqua, sia in termini di quantità rimossa, sia di interazione chimica. L'utilizzo di un analizzatore di umidità termogravimetrico è un modo per misurare direttamente il contenuto di umidità di un campione avvalendosi della tecnica della perdita all'essiccamento (LOD).

La tecnica LOD consente di misurare la massa di un campione prima e dopo la procedura di essiccamento e utilizza il peso delta per stabilire la percentuale di umidità come peso rimosso dalla procedura di essiccamento rispetto al peso iniziale del campione.

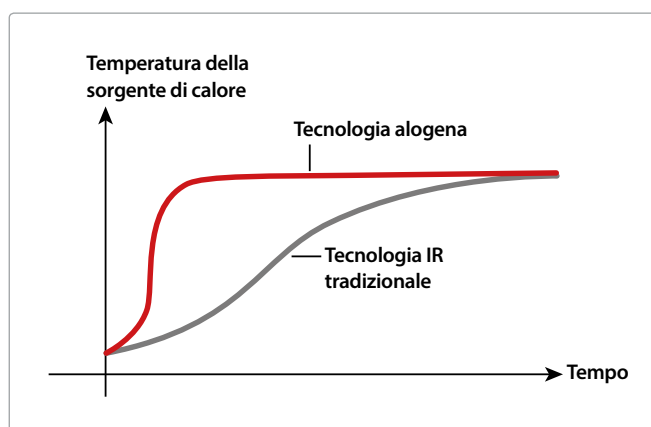
Di solito questa procedura viene effettuata in un forno per essiccazione con una bilancia per stabilire il peso iniziale e finale del campione e utilizzando un semplice calcolo matematico per determinare il contenuto di umidità ($(\text{peso iniziale} - \text{peso finale}) / \text{peso iniziale}$). Questa procedura di solito richiede molte ore per il completamento ed è soggetta agli errori dell'utente. Un analizzatore di umidità funziona in base allo stesso principio, ma è un sistema automatico che utilizza un elemento di riscaldamento controllato da microprocessore e un analizzatore tutto nello stesso dispositivo; utilizzando questo dispositivo, è possibile misurare il contenuto di umidità di un campione in alcuni minuti anziché ore.

Confronto tra riscaldamento alogeno e resistenze metalliche

Gli analizzatori di umidità termogravimetrici sono in grado di essiccare in maniera efficiente un campione trasferendo energia sia tramite irradiazione (la trasmissione di energia sotto forma di onde o particelle attraverso un mezzo, in questo caso il campione), che convezione (trasferimento di calore tramite il movimento della massa). A confronto, un forno per essiccazione tradizionale si avvale principalmente della convezione per essiccare un campione. Sia gli elementi riscaldanti metallici che quelli alogeni irradiano energia nello spettro infrarosso. Entrambi i metodi sono utilizzati nella serie MB OHAUS.

La radiazione infrarossa (IR) fa parte dello spettro elettromagnetico e si colloca tra l'energia a microonde e la luce visibile. Le onde infrarosse includono irradiazione termica e occupano la banda di lunghezza d'onda da 0,75 micrometri (limite della lunghezza d'onda lunga della luce rossa visibile) a 1,5 micrometri (al confine con le microonde). L'energia infrarossa non è visibile all'occhio umano. La luce rossa spesso associata al riscaldamento a infrarossi in realtà è luce rossa riflessa dallo spettro visibile.

Alcuni analizzatori di umidità utilizzano un elemento di riscaldamento metallico, che consiste semplicemente in un pezzo di metallo a bassa resistenza che converte l'elettricità in calore. Questi riscaldatori sono ideali per un ambiente (come la lavorazione dei cibi) in cui la presenza di componenti di vetro è proibita per questioni normative o di sicurezza. I riscaldatori di metallo non sono ideali, poiché presentano una massa termica molto elevata e richiedono molto più tempo per riscaldarsi rispetto ai riscaldatori alogeni, per questo sono più difficili da controllare e non offrono una ripetibilità ottimale in un analizzatore di umidità. I radiatori alogeni contengono un elemento riscaldante in tungsteno all'interno di un tubo di vetro compatto riempito con gas alogeno per preservare l'elemento in tungsteno. Il radiatore alogeno emette radiazioni infrarosse nella banda della lunghezza d'onda di 0,75 – 1,5 micrometri. La natura compatta del radiatore alogeno migliora il tempo di risposta del riscaldamento/raffreddamento, accorciando il tempo necessario all'unità riscaldante per raggiungere la massima potenza di riscaldamento e riducendo i requisiti di tempo per completare l'essiccamento del campione; inoltre consente un controllo più preciso durante il processo di riscaldamento.



Riscaldamento rapido per ridurre al minimo il tempo del test.

La tecnologia di riscaldamento alogeno ad infrarossi inizia l'essiccamento di ciascun campione entro pochi secondi ed è più veloce del 40% rispetto ai metodi infrarossi tradizionali, per una maggiore produttività e una giornata di lavoro più efficiente.

2. Installazione e configurazione iniziale

È imperativo che l'analizzatore di umidità sia installato correttamente per garantire l'elevata ripetibilità e i migliori risultati possibili. Poiché i cambiamenti ambientali possono compromettere il risultato di una misura, l'analizzatore di umidità generalmente deve essere posizionato in un luogo dove i fattori ambientali (temperatura, umidità, vibrazione, ecc.) sono più stabili possibile. Non è importante solo assicurare che la temperatura sia stabile durante una misura, ma anche che l'analizzatore di umidità sia ubicato in un ambiente simile a quello in cui è stato tarato il dispositivo. Se le condizioni operative cambiano, il dispositivo deve essere tarato nuovamente utilizzando un kit di regolazione della temperatura per ottenere i migliori risultati possibili. Fare riferimento al manuale d'uso per istruzioni su come eseguire una regolazione della temperatura nell'analizzatore di umidità della serie MB.

Nella sezione successiva, verranno descritti i fattori da considerare quando si sceglie l'ubicazione dell'analizzatore di umidità

Selezione di una posizione

Ubicazione fisica

Come per ogni bilancia, un analizzatore di umidità deve essere posizionato su un tavolo o un banco di lavoro solido senza vibrazioni. La superficie deve essere sufficientemente stabile, in modo che le vibrazioni non vengano registrate come cambiamento della massa quando si preme su di essa o si cammina nell'area circostante. Considerare che l'unità contiene una ventola che fa circolare l'aria ambiente in una camera all'interno del dispositivo per garantire una temperatura costante nella cella di pesatura durante il riscaldamento. Per assicurarsi che questa ventola funzioni correttamente, è necessario posizionare l'analizzatore di umidità in una zona aperta e non direttamente contro una parete.

Per campioni estremamente sensibili o per i casi in cui la sensibilità della lettura è essenziale, prendere in considerazione il posizionamento dell'analizzatore in una camera ambientale in cui temperatura e umidità sono strettamente controllate.

Temperatura

Le variazioni di temperatura e le condizioni di avvio freddo (lo stato di avvio dell'analizzatore di umidità dopo che non è stato utilizzato per un periodo di tempo) potrebbero compromettere i risultati. Idealmente, è necessario mantenere una temperatura di funzionamento di 20 °C. Dopo aver installato il dispositivo, la temperatura deve rimanere costante e il dispositivo non deve essere posizionato in prossimità di altri oggetti (incluse le finestre) che emettono calore. La temperatura di funzionamento non deve mai superare i limiti specificati nel manuale d'uso o nella scheda tecnica.

Umidità

È importante evitare anche cambiamenti rapidi dell'umidità, che possono influenzare la cella di pesatura e provocare derive, producendo potenzialmente un risultato della misura impreciso. L'umidità relativa deve essere circa del 50% e l'umidità ambiente relativa non deve mai superare i limiti specificati nel manuale d'uso o nella scheda tecnica. Dopo aver installato il dispositivo, l'umidità ambiente relativa deve rimanere costante.

Correnti d'aria

Come per ogni bilancia, l'analizzatore di umidità deve essere posizionato in un luogo senza correnti d'aria. Questo include correnti d'aria causate da finestre aperte o impianti di climatizzazione.

Configurazione iniziale

Accensione

Dopo che l'analizzatore di umidità è stato configurato per l'uso, è buona prassi mantenere il dispositivo collegato. Anche se il display può essere disattivato per risparmiare corrente, la cella di pesatura deve essere alimentata costantemente per garantire che sia sempre pronta per la misura. Quando l'analizzatore è stato collegato per la prima volta, consentire un riscaldamento di circa tre ore prima dell'utilizzo iniziale.

Livellamento

È importante livellare l'analizzatore di umidità per assicurare una precisione di pesatura ottimale. Per livellare l'analizzatore, ruotare i piedini regolabili fino a quando la bolla di livello si trova nella posizione corretta. Consultare il manuale d'uso del dispositivo per ulteriori informazioni su come livellare correttamente l'analizzatore di umidità.

Regolazione

Gli analizzatori di umidità della serie OHAUS MB vengono forniti regolati e pronti per l'utilizzo in ambienti ottimali. Si consiglia di regolare nuovamente l'analizzatore eseguendo una regolazione del peso e della temperatura prima del primo utilizzo e se si verificano variazioni alle condizioni ambientali (incluso lo spostamento in una nuova ubicazione), per compensare cambiamenti che potrebbero influire sulla quantità di energia fornita alla superficie del campione. Si consiglia inoltre di regolare periodicamente l'analizzatore di umidità in base all'utilizzo, per compensare eventuali accumuli di sostanze nelle superfici interne (consultare la sezione relativa alla pulizia e alla manutenzione di questo documento per ulteriori dettagli).

3. Determinazione dell'umidità mediante un analizzatore di umidità serie MB

Nota: anche se la presente sezione fa riferimento specifico all'analizzatore di umidità OHAUS MB120 (e alcune caratteristiche potrebbero non essere disponibili su altri modelli), i principi qui descritti possono essere applicati a qualunque analizzatore di umidità termogravimetrico.

La serie MB di analizzatori di umidità OHAUS è basata sulla tecnologia a radiatori alogeni (ad eccezione del modello MB23, che utilizza un elemento di riscaldamento di metallo). Questi strumenti possono essere utilizzati per misurare il contenuto di umidità di una vasta gamma di materiali.

Definizione di metodo

Un metodo è una serie di parametri che definisce come viene essiccato un campione. Un metodo consiste in un programma di essiccaimento, temperature, un criterio di spegnimento e altri parametri che definiscono come vengono visualizzati i risultati (ad esempio, unità di misura). L'utente può determinare il metodo migliore per essiccare un campione per produrre il risultato richiesto.

Accuratezza vs. precisione

L'accuratezza è quanto un valore misurato si avvicina a un valore effettivo o reale. La precisione è quanto i valori misurati si avvicinano l'uno all'altro, comunemente misurata dalla deviazione standard di un set di valori. È importante notare che l'obiettivo di un analizzatore di umidità è essere preciso, in modo che più campioni misurati nelle stesse condizioni producano una serie di risultati con una variazione minima. L'utente deve scegliere un metodo e preparare il campione in modo da garantire l'accuratezza. Per illustrare questo concetto, considerare l'esempio della preparazione al forno dei biscotti. Se l'impasto viene preparato nello stesso modo e applicato in quantità omogenee e uniformi su una teglia da forno, il forno potrebbe non cuocere a sufficienza



l'impasto (se la temperatura è troppo bassa o il tempo di cottura è troppo breve) o bruciarlo (se la temperatura è troppo elevata o il tempo di cottura è troppo lungo). Tuttavia, se l'impasto è preparato in modo uniforme e cotto al forno utilizzando la temperatura e il tempo ottimali, i biscotti dovrebbero risultare esattamente identici ogni volta. Allo stesso modo, se l'utente di uno strumento termogravimetrico fornisce le condizioni corrette, i risultati dovrebbero avere una variazione minima.

Parametri del metodo

Temperatura di essiccamento

Gli analizzatori di umidità della serie MB (a seconda del modello) forniscono un'ampia gamma di temperature di essiccamento. Mentre è possibile raggiungere temperature da 40 °C a 230 °C in un'applicazione di essiccamento, la maggior parte dei campioni viene misurata nell'intervallo da 100 °C a 140 °C.

Profili di essiccamento

Il contenuto di umidità (MC) è notevolmente influenzato dalla temperatura di essiccamento utilizzata per eliminare l'umidità. Un riscaldamento eccessivo può produrre una lettura del contenuto di umidità con percentuale elevata a causa della decomposizione del campione o di cambiamenti della composizione chimica. Oltre a fornire letture incrementate artificialmente, i risultati sono molto difficili da riprodurre nei test in cui il profilo di essiccamento è troppo rigido. Al contrario, livelli di riscaldamento inferiori possono preservare l'integrità del campione, ma estendere la procedura di essiccamento, rendendo il test irrealistico per l'utilizzo nel processo.

Gli analizzatori di umidità della serie MB offrono una serie di programmi di essiccamento che consentono agli utenti di personalizzare il profilo di essiccamento del campione. Personalizzando il programma di essiccamento, è possibile ottimizzare le misure dell'umidità per migliorare le condizioni di essiccamento e abbreviare il tempo di esecuzione, riducendo al minimo la decomposizione del campione o il cambiamento della composizione chimica e incrementando l'accuratezza e la riproducibilità della prova. È possibile personalizzare i quattro profili di base della temperatura (standard, fast, step e ramp) specificando temperature target.

Standard

Il profilo di essiccamento standard è il più comune ed è sufficiente per la maggior parte dei campioni. In questo profilo di essiccamento, la temperatura target viene raggiunta e sostenuta fino alla fine della misura.

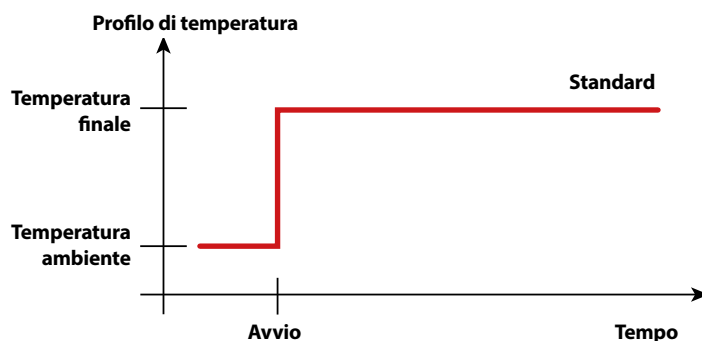


Figura 1. Profilo di essiccamento standard

Fast

Il profilo di essiccamento rapido (fast) è adatto a campioni con un contenuto di umidità elevato, poiché fa affidamento sull'umidità disponibile per impedire la carbonizzazione del campione. In questo profilo di essiccamento, la temperatura target viene superata del 40% per i primi tre minuti, quindi torna alla temperatura target, che viene mantenuta fino alla fine della misura.

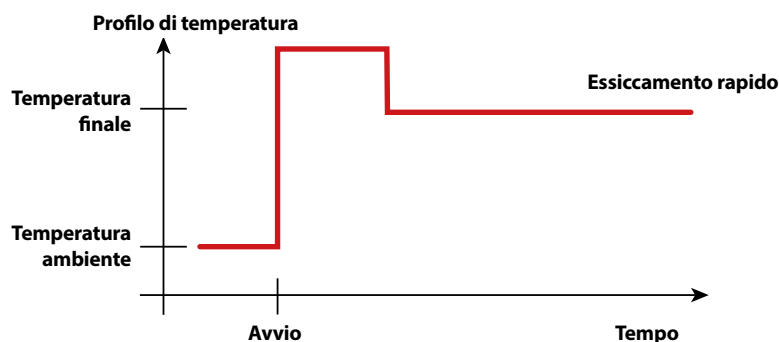


Figura 2. Profilo di essiccamento rapido

Step

Il profilo di essiccamento per passaggi (step) consente di sostenere più temperature per periodi di tempo definiti, consentendo un controllo più preciso della temperatura di essiccamento. È possibile utilizzare questo profilo per i campioni con cui viene utilizzata prima una temperatura inferiore per l'essiccamento e la misura dell'umidità di superficie, e successivamente una temperatura superiore per rilasciare e misurare l'umidità legata. In alternativa, è possibile utilizzare prima una temperatura elevata per bruciare i solventi volatili, quindi temperature inferiori per misurare il contenuto d'acqua.

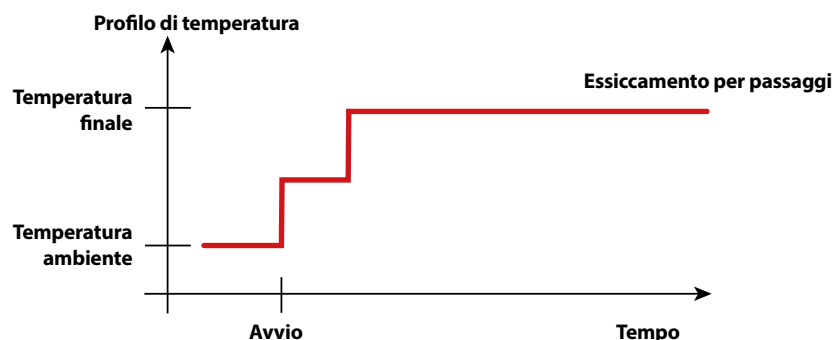


Figura 3. Profilo di essiccamento per passaggi

Ramp

Il profilo di essiccamento delicato a progressione (ramp) consente all'utente di incrementare lentamente la temperatura durante un arco di tempo. Questo può essere utile per essiccare una sostanza con un elevato contenuto di zucchero, laddove un incremento lento della temperatura consente sempre di più all'acqua strutturale di evaporare prima che si formi uno strato caramellato che possa intrappolare al di sotto l'acqua strutturale.

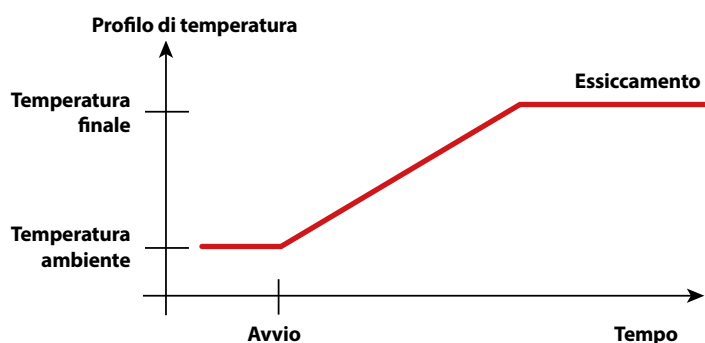


Figura 4. Profilo di essiccamento in progressione

Criteri di spegnimento

Un criterio di spegnimento definisce quando l'analizzatore di umidità interrompe il riscaldamento e considera completa una misura. Questa operazione può essere effettuata manualmente o attraverso diverse opzioni integrate per garantire risultati accurati e riproducibili. Quando e come lo strumento termina un profilo di riscaldamento può essere programmato in base al tempo di esecuzione o a condizioni della massa stazionarie. I criteri di spegnimento disponibili per la serie MB sono definiti come:

1. **Manuale** – l'utente definisce la fine del ciclo e spegne lo strumento manualmente.
2. **Temporizzato** – lo strumento si spegne automaticamente all'orario preimpostato durante l'analisi (per esempio, 10 minuti).
3. **Automatico** – lo strumento si spegne automaticamente in base alla perdita di massa per unità di tempo. Per i criteri di spegnimento automatico integrati, la fine della misura viene raggiunta quando il cambiamento generale della massa osservato è inferiore a 1 milligrammo per periodo di tempo. Le selezioni pre-programmate disponibili sono:
 - A30 = perdita di massa < 1 mg. in 30 secondi (campioni ad essiccamento rapido/misure rapide)
 - A60 = perdita di massa < 1 mg. in 60 secondi (la maggior parte dei tipi di campioni)
 - A90 = perdita di massa < 1 mg. in 90 secondi (campioni ad essiccamento lento)
4. **AFREE** – spegnimento auto-free; consente all'utente di definire i criteri di spegnimento in base alla perdita di massa per unità di tempo.

Preparazione del campione

La raccolta del campione e la preparazione del campione hanno un notevole impatto sulle letture dell'umidità e la riproducibilità. La raccolta di campioni può indicare l'ottenimento di campioni dalla linea di lavorazione a determinati intervalli di tempo su base batch-to-batch per ogni determinato giorno.

Per assicurare risultati riproducibili, è importante che il campione di prova sia una combinazione rappresentativa e omogenea del materiale da analizzare. In molti sistemi, è comune che il contenuto di umidità sia variabile nel materiale. Per esempio, la superficie e i margini possono contenere meno umidità delle porzioni interne. Per ottenere un campione rappresentativo, il materiale deve essere miscelato in modo omogeneo e le porzioni di questa miscela devono essere utilizzate per la prova successiva. Vedere Appendice, Studio di caso 1.

La quantità di campione selezionata può influire sulla lettura dell'umidità; è essenziale utilizzare una quantità appropriata per ottenere una lettura significativa. Di solito, si raccomanda un campione di dimensioni di 5 - 10 g; il peso minimo consentito è 0,5 g. Dimensioni ridotte del campione devono essere utilizzate solo quando il materiale è difficile da reperire o costoso.

È importante che il campione sia distribuito uniformemente sull'apposito piatto e che lo stato fisico del materiale consenta l'assorbimento di IR e la dissipazione dell'umidità. Anche se alcuni campioni possono essere aggiunti direttamente al piatto, a volte il campione richiede un'alterazione dello stato fisico (ad esempio polverizzazione o macina) per migliorare il processo di essiccamento. È importante che il campione non acquisisca o perda umidità durante questo processo. Con un minimo di cura e pianificazione, è possibile evitare facilmente cambiamenti del contenuto di umidità durante la preparazione del campione.

È meglio analizzare il campione subito dopo la preparazione. La conservazione del campione in un contenitore sigillato ermeticamente impedisce la migrazione dell'umidità prima delle analisi e tra di esse.

Quantità e distribuzione del campione

La dimensione del campione è dettata dalle esigenze di distribuzione nel piatto di campionamento e dal contenuto di umidità del campione. A seconda del contenuto di umidità, l'ottimizzazione delle condizioni di essiccamento e della riproducibilità può essere influenzata dalla quantità di campione valutato.

La distribuzione del campione nel piatto contenitore influenza anche la lettura dell'umidità e la riproducibilità. Il campione deve essere idealmente distribuito su uno strato sottile e uniforme sulla superficie del piatto. Il campione potrebbe bruciare se è stato diffuso su uno strato troppo sottile e potrebbe trattenere l'umidità dove lo strato è troppo spesso; entrambe le condizioni influenzano la precisione e la riproducibilità della lettura finale dell'umidità.

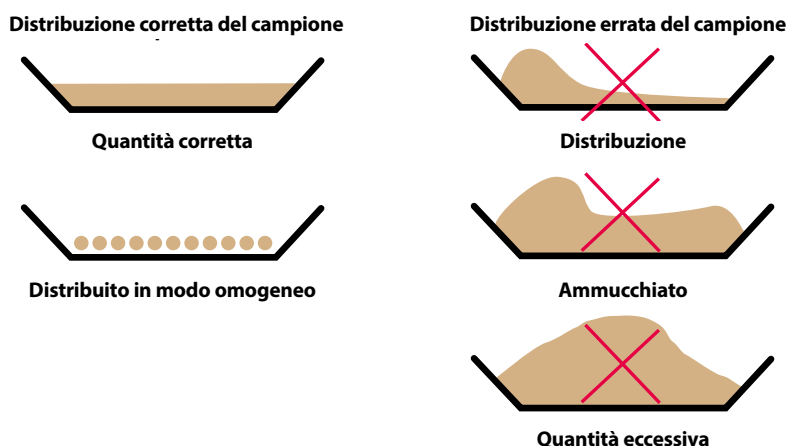


Figura 5. Esempi di buona e cattiva distribuzione sul piatto di essiccamento

Utilizzo di filtri in fibra di vetro

I filtri in fibra di vetro sono mezzi utili per applicare campioni di liquido, fornendo un supporto inerte e poroso. Lo spargimento del liquido nel filtro in fibra riduce la tensione superficiale del campione e aumenta l'area superficiale totale, riducendo il tempo di analisi. Per misure molto sensibili o a scopo di ricerca, i filtri possono essere conservati in un essiccatore per evitare di influenzare la lettura di umidità. Questo non è essenziale per analisi di routine.

I filtri in vetro possono essere utilizzati anche per materiale sensibile al calore o che presenta proprietà di formazione di pellicole durante la procedura di essiccamento. L'utilizzo del filtro come strato superiore o l'inserimento del materiale tra due filtri protegge il campione dalla radiazione infrarossa. Il campione può essere essiccato tramite calore convenzionale anziché radiazione infrarossa.

4. Introduzione rapida: Considerazione del campione e sviluppo del metodo

Gli analizzatori di umidità della serie OHAUS MB possono essere utilizzati per analizzare un'ampia gamma di materiali. La serie MB fornisce un'ampia gamma di opzioni (ad esempio temperatura, programmi di essiccamento, criteri di spegnimento) che è possibile utilizzare per creare il metodo migliore per analizzare una determinata sostanza. Tuttavia, la creazione di un metodo ottimale può essere impegnativa; per questo, si consiglia di utilizzare del tempo per sperimentare lo sviluppo del metodo.

Quando si progetta e si ottimizza il protocollo di prova, è importante comprendere il materiale. Prima di iniziare, considerare i tre fattori seguenti:

Approssimazione del contenuto di umidità	• In base alle informazioni nella letteratura • Calcolato dagli ingredienti iniziali • Stimato tramite confronto con materiali correlati
Sensibilità al calore	• Presenza di componenti volatili oltre all'acqua • Presenza di componenti infiammabili • Proprietà di combustione del campione
Stato fisico del campione	• Proprietà della superficie, assorbimento aumentato degli infrarossi • Distribuzione uniforme del campione al calore • Conduttività termica migliorata • Abilità di dissipare il calore e l'umidità dalla superficie

Il modo più comune per sviluppare un metodo per una particolare sostanza è ottenere un valore di riferimento, quindi creare un metodo per riprodurre il valore target con il tempo di essiccamento più breve possibile. Per ottenere un valore di riferimento, utilizzare la procedura LOD convenzionale, un analizzatore e un forno di essiccamento. In alternativa è possibile utilizzare un essiccatore, un titolatore Karl Fisher o altri metodi.

Dopo aver ottenuto un valore di riferimento, è possibile iniziare a sviluppare un metodo appropriato su un analizzatore di umidità. Si raccomanda di preparare un campione e di essiccarlo utilizzando una temperatura nella migliore delle ipotesi, quindi analizzare la curva di essiccamento derivante. Per esempio:

- Essiccamento standard a 120 °C
- Criterio di spegnimento A60

Comprendere la curva di essiccamento generata durante l'essiccamento del campione aiuta a definire le condizioni di prova appropriate per il campione. Le curve di essiccamento asintotiche sono indicative di campioni che raggiungono un valore di umidità costante durante il processo di essiccamento. L'ottimizzazione del profilo della temperatura e del criterio di spegnimento in genere è semplice e produce dati ripetibili.

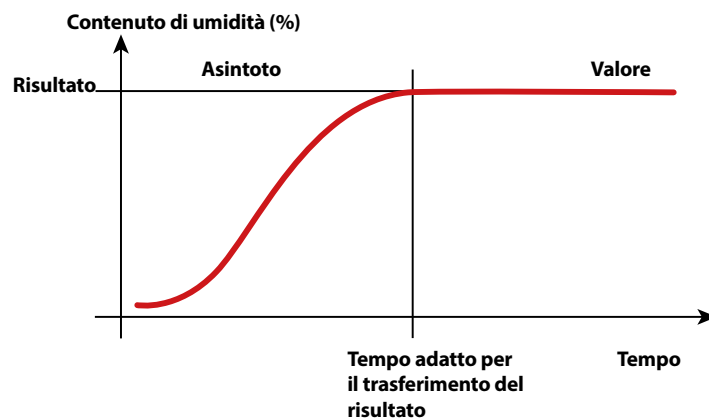


Figura 6. Rappresentazione di una curva asintotica, peso stazionario

Nell'esempio qui visualizzato (Figura 7), il campione ha raggiunto uno stato stazionario e il criterio di spegnimento automatico. Se il valore finale raggiunto è inferiore al valore previsto, questo indica che la temperatura non è sufficientemente alta da rilasciare tutta l'umidità legata; aumentare la temperatura e ripetere la misura fino al raggiungimento di una temperatura ottimale. Al contrario, se il valore risultante è troppo alto, questo potrebbe indicare che il campione ha cambiato composizione (è bruciato); ridurre la temperatura e ripetere la misura. È importante ispezionare visivamente il campione per stabilire se si è verificata bruciatura o carbonizzazione.

In altri casi, i campioni potrebbero non raggiungere mai una massa costante durante la procedura di essiccamento, producendo un profilo di essiccamento simile a quello illustrato nella Figura 8. Questo tipo di curva è indicativo di un campione sottoposto a decomposizione termica o evaporazione continua dei componenti volatili. L'ottimizzazione in questo caso potrebbe richiedere l'abbassamento del profilo della temperatura utilizzato per l'essiccamento. Lo spegnimento temporizzato e una massa iniziale del campione coerente aiutano a migliorare la ripetibilità.

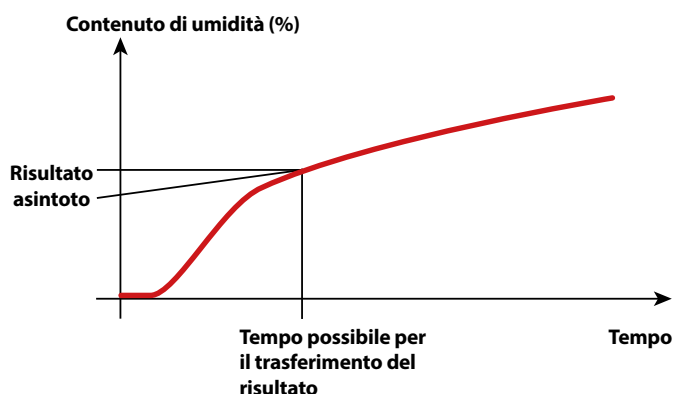


Figura 7. Rappresentazione di una curva di essiccamento che non raggiunge una massa costante

In alcuni casi, potrebbe essere necessario stabilire il contenuto di umidità solo utilizzando l'analizzatore di umidità (ovvero non è fornito alcun valore di riferimento o non è possibile misurarlo). In questi casi, lo sviluppo del metodo deve essere eseguito come definito precedentemente, con l'obiettivo di raggiungere il tempo di essiccamento più rapido e i risultati più ripetibili. Devono essere effettuate molte misure per identificare e convalidare un metodo sicuro. Notare che il risultato potrebbe non indicare il contenuto di umidità effettivo, ma fornirne uno analogo o prossimo al valore di umidità (ovvero mentre il valore finale non è il contenuto di umidità completo ed effettivo, potrebbero essere rilevati scostamenti nel contenuto effettivo di umidità di un campione).

Conformità GLP/ISO dell'analizzatore di umidità

Per mantenere la competitività, il controllo della qualità è essenziale per la maggior parte delle aziende e un analizzatore di umidità è una parte importante del sistema di controllo della qualità. Il modello OHAUS MB120 è progettato per essere facilmente integrato in un sistema di qualità generale come il GLP/GMP, oppure implementato nell'organizzazione come standard, come ISO9000. I requisiti GLP e gli standard ISO richiedono la documentazione tracciabile di tutte le procedure di regolazione/taratura e delle prove eseguite su uno strumento di misura.

Il componente di pesatura di un analizzatore di umidità OHAUS può essere regolato seguendo la procedura scritta nel manuale e utilizzando un peso certificato.

Anche il componente di riscaldamento o di misura della temperatura dell'analizzatore può essere regolato utilizzando una procedura unica per gli analizzatori di umidità. L'elemento riscaldante può essere regolato seguendo la procedura descritta nel manuale di istruzioni. Questa procedura può essere eseguita utilizzando un termometro tarato, per garantire che il contenuto di umidità sia determinato in condizioni identiche, a prescindere dall'ubicazione.

Queste regolazioni possono essere documentate utilizzando il software del prodotto e una stampante collegata.

-MOISTURE DETERMINATION-	
Halogen Moisture Analyzer	
Type MB120	
SNR(Drying Unit)	
B550824411	
SNR(Terminal)	
SW(Drying Unit)	1.20
SW(Terminal)	1.01.01
Method Name	COOKIES
Drying Prog	Standard
Drying Temp	160 °C
Switch Off Free(1mg/20s)	
Start Weight	1.917 g
00:00 min	0.00 %MC
00:30 min	12.05 %MC
01:00 min	27.07 %MC
01:30 min	39.49 %MC
02:00 min	51.80 %MC
02:30 min	63.33 %MC
03:00 min	71.94 %MC
03:30 min	77.31 %MC
04:00 min	80.18 %MC
04:30 min	81.06 %MC
04:35 min	81.06 %MC
Total Time	4:37 min
End Result	81.06 %MC
Sample ID:	
.....	
Signature:	
.....	
Feb 23 2016 09:35	
----- END -----	

Figura 8. Un esempio di tabulato dopo il completamento della prova



5. *Pulizia e manutenzione*

Mantenendo l'analizzatore di umidità pulito e tarato è possibile garantire che l'unità funzioni in modo ottimale e che i risultati siano più coerenti possibile. È importante controllare che tutte le superfici della camera di riscaldamento siano esenti da polvere e detriti di misure precedenti. Mantenere l'area attorno al piatto del campione pulita rimuovendo il paravento e svuotandolo quando necessario. Un detergente delicato è raccomandato per la pulizia di tutte le superfici. Gli analizzatori MB90 e MB120 consentono di rimuovere l'anello del vetro protettivo sotto l'elemento riscaldante per agevolare la pulizia (non sono necessari strumenti), in modo che una quantità costante di energia sia trasferita uniformemente al campione.

Appendice A – Metodi campione

Tabella delle applicazioni - Metodi campione

La tabella di seguito è stata compilata utilizzando l'analizzatore di umidità MB45. Una combinazione rappresentativa di campioni del settore è stata valutata per rilevare la percentuale di contenuto di umidità. Vengono definiti preparazione del campione, programmi di riscaldamento, criteri di spegnimento e contenuto di umidità risultante (come percentuale del contenuto di umidità). Questa tabella può servire come riferimento iniziale mentre si definiscono i programmi di lavoro per il campione. Si consiglia di ottimizzare il programma per le proprie esigenze specifiche.

Campione	Massa target	Metodo di preparazione	Profilo di riscaldamento
Ingredienti cibo secco			
Farina	3 gms.	così com'è, ben mescolato	fast, 130°C
Farina di mais	3 gms.	così com'è, ben mescolato	fast, 130°C
Cacao in polvere	3 gms.	così com'è, ben mescolato	standard, 160°C
Impasto per frittelle	3 gms.	così com'è, ben mescolato	standard, 160°C
Impasto per torte	3 gms.	così com'è, ben mescolato	standard, 140°C
Latte in polvere	3 gms.	così com'è, ben mescolato	fast, 80°C
Caffè istantaneo	3 gms.	così com'è, ben mescolato	standard, 95°C
Sciroppo di zucchero			
Miele	1 gm.	a strati nei filtri	step, 130°C 5 min., 110°C 3 min.
Melasse	1 gm.	a strati nei filtri	step, 130°C 5 min., 110°C 3 min.
Sciroppo di mais	1 gm.	a strati nei filtri	step, 140°C 3 min., 110°C 6 min.
Cibi finiti da forno/fritti			
Torta	3 gms.	miscela uniforme di briciole	step, 140°C 3 min., 110°C 4 min.
Crackers	3 gms.	briciole macinate uniformi	fast, 80°C
Biscotti di zucchero	5 gms.	briciole macinate uniformi	fast, 95°C
Patatine	3 gms.	piccoli pezzi	standard, 95°C
Arachidi arrostiti	3 gms.	macinate, 15 sec.	standard, 95°C
Cibi vari			
Carote	3 gms.	sminuzzate	step, 180°C 3min, 120°C 3 min.
Verdure disidratate	2 gms	così com'è	rapid, 80°C
Erbe essiccate	1 gm.	così com'è	standard, 110°C
Budino snack	2 gms.	a strati tra i filtri	step, 180°C 3min, 120°C 3 min.
Condimento cremoso per insalata	3 gms.	diffuso su filtro di vetro	step, 180°C 3min, 120°C 3 min.
Condimento per insalata light	2 gms.	a strati tra i filtri	rapid, 130°C
Mangime/Grani per animali			
Cibo per cani essiccato	5 gms.	macinato, 30 sec.	fast, 80°C
Crocchette per animali	5 gms.	macinato, 30 sec.	fast, 110°C
Mais frantumato	5 gms.	macinato, 30 sec.	fast, 110°C
Semi di segale	5 gms.	macinati, 45 sec.	fast, 110°C
Cura personale			
Sapone liquido per le mani	1 gm.	strato sottile su filtro	step 180°C 3 min., 120°C 1 min.
Saponetta	2 gms.	a fettine sul piatto	standard, 110°C
Dentifricio	1 gm.	strato sottile su filtro	fast, 130°C
Crema per la pelle	1 gm.	strato sottile su filtro	step, 180°C 3 min., 120°C 8 min.
Deodorante stick	2 gms.	a fettine sul piatto	standard, 110°C
Detergente in polvere	3 gms.	così com'è	fast, 110°C
Vari.			
Vernice lattice	1 gm.	a strati tra i filtri	fast, 170°C
Colla per legno	1 gm.	strato sottile su filtro	standard, 135°C
Miscela per malta	3 gms.	così com'è	fast, 200°C
Miscela di terriccio	3 gms.	così com'è	fast, 200°C

	Criteri di spegnimento	Tempo	% MC	valore p (%)
	A/60	4 min.	13.4	0.11
	A/60	4 min.	12.5	0.15
	temporizzato	5 min.	7.4	0.12
	temporizzato	5 min.	12.4	0.07
	manuale	4 min.	5.2	0.09
	manuale	4 min.	3.7	0.2
	A/30	5 min.	14.5	0.06
	temporizzato	8 min.	16.1	0.07
	temporizzato	8 min.	21.7	0.48
	A/30	9 min.	21.7	0.1
	A/30	7 min.	33.6	0.2
	A/60	4 min.	3.7	0.04
	temporizzato	4 min.	5.3	0.03
	A/30	2 min.	0.78	0.08
	temporizzato	5 min.	1.3	0.04
	A/30	18 min.	89.4	0.08
	A/30	3 min.	2.4	0.01
	A/30	2 min.	9.8	0.04
	A/30	15 min.	71	0.1
	manuale	4 min.	34.9	0.95
	A/30	10 min.	72.6	0.14
	temporizzato	4 min.	5.8	0.08
	temporizzato	4 min.	11.3	0.13
	temporizzato	4 min.	10.2	0.04
	temporizzato	4 min.	10.6	0.21
	A/30	4 min.	82	0.09
	A/30	7 min.	9.74	0.21
	A/30	3 min.	34.7	0.03
	A/30	11 min.	87.7	0.35
	A/30	9 min.	36.7	0.4
	A/30	3 min.	6.2	0.22
	A/30	5 min.	58.3	0.26
	A/30	7 min.	52.9	0.42
	A/30	1 min.	1.73	0.04
	manuale	5 min.	68.9	0.66

Risoluzione dei problemi

La tabella di seguito fornisce soluzioni possibili per problemi che potrebbero sorgere durante l'utilizzo del modello MB45.

Problema	Soluzioni possibili
Bruciatura del campione durante l'analisi	• Abbassare la temperatura • Provare il programma a passaggi o a progressione per controllare la temperatura • Ridurre il tempo di esecuzione/esposizione al calore • Proteggere il campione coprendolo con il filtro in fibra di vetro
Il tempo di analisi è troppo lungo	• Aumentare la temperatura di essiccamento • Utilizzare il programma rapido o a passaggi • Ridurre le dimensioni del campione • Aumentare l'area della superficie utilizzando il filtro in fibra di vetro
I risultati non sono accurati	• Aumentare la massa del campione (bassa % di contenuto di umidità) • Ridurre la massa del campione (alta % di contenuto di umidità) • Provare il criterio di spegnimento automatico • Esaminare il profilo di essiccamento per controllare la massa costante • Accertarsi che il campionamento sia omogeneo
I risultati non sono riproducibili	• Assicurarsi che la preparazione del campione sia coerente e non influenzi il campione • Provare il criterio di spegnimento automatico • Valutare il profilo di essiccamento, la bruciatura del campione o l'essiccamento non sufficiente
Il campione perde massa durante la pesatura	• Lasciare allo strumento il tempo di raffreddarsi tra le misure • Aggiungere campione al piatto di essiccamento all'esterno dell'unità di essiccamento
Il campione non raggiunge una massa costante durante l'essiccamento	• Utilizzare il criterio di spegnimento temporizzato • Ridurre la temperatura di essiccamento
Il campione si fonde durante il riscaldamento	• Utilizzare il filtro in fibra di vetro
Il campione ha un basso contenuto di umidità	• Aumentare la dimensione del campione
Il campione contiene materiale infiammabile	• Seguire le istruzioni di sicurezza nel manuale di istruzioni

Suggerimenti aggiuntivi per l'utilizzo di un analizzatore di umidità

Gli analizzatori di umidità della serie OHAUS MB sono strumenti eccellenti per l'analisi di routine nell'ambiente di processo. Gli strumenti sono robusti, semplici da gestire e forniscono dati rapidi e affidabili. I dispositivi possono essere utilizzati anche nel laboratorio di ricerca come strumento investigativo per studi scientifici di base. È necessario prendere alcune precauzioni per assicurarsi che le misure effettuate con i dispositivi siano riproducibili e più esatte possibile. Di seguito sono riportati alcuni suggerimenti per il controllo delle variabili di funzionamento degli analizzatori di umidità:

- Consentire un tempo di raffreddamento adeguato tra le esecuzioni dei campioni. Se la macchina è ancora molto calda dall'esecuzione precedente, questo potrebbe influenzare la lettura iniziale della massa del campione e causare imprecisioni nella percentuale finale del contenuto di umidità.
- Mantenere costante la massa iniziale del materiale di prova. Poiché la lettura finale (massa) è un fattore del processo di essiccamento, una massa iniziale costante riduce al minimo le differenze causate dai parametri fisici dell'introduzione del campione e del profilo di essiccamento.
- Quando possibile, provare a controllare l'ambiente del laboratorio. Per campioni estremamente sensibili o per i casi in cui la sensibilità della lettura è essenziale, considerare di lavorare in una camera ambientale in cui temperatura e umidità sono strettamente controllate. In generale, è meglio configurare lo strumento in un'area senza finestre per ridurre al minimo l'esposizione a estremi termici, correnti d'aria e altre condizioni ambientali.

Studio di caso 1: omogeneità del campione

Il seguente studio di caso illustra la necessità di omogeneità del campione. Qui, un campione di torta gialla è stato valutato per la % di umidità. Porzioni della torta sono state rotte indiscriminatamente dalla torta, quindi spezzate ulteriormente in piccole briciole e distribuite sul piatto di pesatura. I campioni sono stati essiccati utilizzando un profilo in passaggi (140 °C 3 min., 110 °C fino all'essiccamento). Il completamento dell'esecuzione è stato determinato dallo spegnimento automatico (A30).

I risultati delle prime tre analisi:

% contenuto di umidità = 35,03, 36,05, 32,95

Valore medio = 34,68

Deviazione standard = 1,58

I risultati della prova hanno mostrato una notevole dispersione, con una deviazione standard molto elevata. La valutazione della curva di essiccamento e del prodotto finale dopo l'essiccamento hanno mostrato un essiccamento sufficiente senza la decomposizione del campione. Questo ha suggerito che il profilo di temperatura era appropriato per la torta e che il problema potrebbe essere dovuto alla non uniformità del campione stesso. È stato preparato un nuovo campione utilizzando una sezione trasversale rappresentativa della torta, rompendola in briciole fini e mescolando accuratamente. È stato eseguito un secondo set di analisi sulla miscela più omogenea del campione di torta.

I seguenti sono i risultati del secondo set di analisi utilizzando un campione di torta omogeneo:

% contenuto di umidità = 33,60, 33,83, 33,42

Valore medio = 33,62

Deviazione standard = 0,22

I dati ottenuti per questi campioni appaiono più ripetibili con una deviazione standard che rientra nell'intervallo operativo dello strumento.

Riferimenti

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

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

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

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

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



OHAUS Europe GmbH

OHAUS produce una vasta gamma di bilance meccaniche ed elettroniche di alta precisione che soddisfano le esigenze di pesatura di tutti i settori industriali. Siamo un'azienda globale, leader nel settore industriale, didattico e nel laboratorio e operiamo anche in mercati specializzati, tra cui quello della preparazione degli alimenti, delle farmacie e il settore della gioielleria. I prodotti OHAUS sono precisi, affidabili ed economicamente vantaggiosi e sono supportati da un servizio di assistenza clienti tra i migliori al mondo.

Distribuito da:

Sigma
Precision S.r.l.
Tel: 041 5417555 mail: info@sigmaprecision.it

OHAUS Europe GmbH

Im Langacher 44

8606 Greifensee

Switzerland

e-mail: ssc@ohaus.com

Tel: 0041 22 567 53 19

e-mail: tsc@ohaus.com

Tel: 0041 22 567 53 20

www.ohaus.com

*L'azienda ha diverse sedi in
Europa, Asia e America Latina
ISO 9001:2008
Sistema di gestione
della qualia certificato*

ISO 9001:2008

Registered Quality
Management System
CH11C059