



Préparation d'échantillons automatisée pour la viscosimétrie: Le système de pesage et dosage dynamique de LAUDA - METTLER TOLEDO

Par LAUDA DR. R. WOBSE GMBH & CO. KG • 97922 Lauda-Königshofen • Allemagne

Contact France : Eric Couche - Tél.: +33 (0)1 72 9206-27 - Fax.: +33 (0)1 72 9206-28 - E-mail : info@lauda.fr – Web : www.lauda.de

Le système de mesure de la viscosité PVS de LAUDA offre, avec la commande PC la plus moderne et la technique de mesure numérique, des conditions optimales pour des applications exigeantes dans la viscosimétrie. Il se caractérise par un type de construction modulaire variable et performant. Celui-ci permet des possibilités d'extension variées et un haut degré d'automatisation avec un confort d'analyse maximal. Le concept modulaire comprend, outre les composantes mécaniques de haute valeur, également des modules de logiciel pour des applications spéciales. En coopération avec METTLER TOLEDO, LAUDA a mis au point un système de pesage et dosage automatisé performant – une extension innovatrice et économique pour le système de viscosimétrie PVS éprouvé.

Le système de mesure de viscosité PVS LAUDA existe, selon la tâche, en différentes variantes de modèle et d'équipement: des systèmes de mesure à un poste bon marché avec saisie et analyse des valeurs de mesure automatiques forment la base. Au choix, ils existent avec ou sans nettoyage de viscosimètre automatique. Dans la version premium, le système de mesure PVS dispose de jusqu'à 8 postes de mesure, exploités en parallèle et à commande centralisée, avec nettoyage de viscosimètre automatique. La variante à quatre postes permet l'alimentation d'échantillons automatisée au moyen d'un échantillonneur rapporté. Cela permet de tester, tous les jours, plus de cent échantillons avec un minimum de travail. Cela offre au personnel de laboratoire une nouvelle liberté d'action et des capacités pour d'autres activités exigeantes. La mesure des échantillons a lieu avec la plus grande fiabilité et précision. De plus, le système évite, de manière conséquente, le contact direct de l'exploitant avec des solvants. Ni le remplissage des échantillons ni le nettoyage des tubes capillaires n'ont lieu à la main. Les mesures techniques de sécurité du PVS LAUDA sont novatrices.

Toutefois, la préparation de l'échantillon était toujours liée jusqu'à présent à une grande dépense de temps. Le réglage exact d'une concentration la plus précise possible, par ex. selon le standard ISO 1628, nécessitait un soin particulièrement important et beaucoup de doigts lors du pesage. Cette opération était jusqu'à présent surtout manuelle, en utilisant des équipements de laboratoire standards. Ces travaux de précision inévitables prenaient la plus grande partie du temps nécessaire pour les tests. La manipulation des solvants agressifs ou toxiques souvent utilisés, comme par ex. l'acide sulfurique concentré pour polyamide ou les mélanges de chlorobenzène/phénol pour PET, nécessitait du personnel de laboratoire formé en conséquence.

Etapes de travail pour la préparation manuelle d'échantillons pour la mesure de viscosité

Avant la mesure de la viscosité de solution, il faut réaliser une série d'opérations. Concernant la manière de procéder conventionnelle pour le contrôle du granulé PET selon la norme ISO 1628 (0.5 g/dl), ce sont:

1. Pesage de l'échantillon pour obtenir si possible exactement 0.25 g dans le ballon gradué avec marquage de 50 ml. La dépense de temps pour cela est importante et s'élevé jusqu'à env. 15 min – due à la coupe nécessaire des grains de granulé ou semi-produits.
2. Remplissage du solvant stocké à température ambiante à env. 90% de la marque de remplissage.
3. Fermeture étanche à l'air du ballon gradué.
4. Placer le ballon gradué sur/dans un agitateur magnétique chauffé.
5. Attendre le temps de dissolution prédéfini (par ex. env. 1h à 130°C).
6. Placer le ballon gradué avec la solution dans le thermostat de laboratoire à 25°C. (température de mesure)

7. Attendre le temps de refroidissement à 25°C (par ex. au moins 30 min. dans le cas susnommé)

8. Remplissage du ballon gradué exactement à marque de remplissage, par ex. 50 ml, avec du solvant.

9. Remplissage dans le récipient collecteur pour l'autoéchantillonneur VAS et remplissage dans le viscosimètre via l'entonnoir, le cas échéant avec filtre.

10. Fermeture des bouteilles d'échantillonnage avec septum étanche à l'air. Réglage des échantillons dans le rack d'échantillons (pour des systèmes d'autoéchantillonneur).

11. Entrée manuelle dans le PC de la désignation de l'échantillon, position, méthode de mesure et le cas échéant aussi de la concentration. Démarrage de la mesure.

Plus de performance et de confort: le nouveau système de pesage et de dosage de LAUDA – METTLER TOLEDO

En collaboration avec METTLER TOLEDO, LAUDA offre pour la première fois une méthode de pesage et de dosage pour la préparation d'échantillons pour la viscosimétrie. Le système commandé par PC accélère et améliore nettement le processus de pesage et de dosage. Le procédé automatisé offre à l'utilisateur également plus de sécurité. Quelques-unes des opérations manuelles nécessaires sont complètement supprimées. La manipulation simple ne présuppose aucune connaissances techniques particulières du personnel de laboratoire. Le système de pesage et dosage fonctionne de manière fiable et très précise. Comme le dosage des solvants a lieu dans le système fermé, l'exposition du manipulateur aux vapeurs de solvant est nettement plus faible sur le poste de travail. Le nouveau développement permet un débit d'échantillons significativement plus important, avec un niveau de qualité élevé.

Aperçu du processus de pesage et de dosage automatisé

Un programme de mesure élaboré constitue le centre de commande du système de pesage et dosage flexible. Il intègre et surveille toutes les fonctions concernées: le pesage exact des échantillons avec fonction de bande de tolérance, le calcul de la quantité de solvant correspondante, l'ajout automatique du solvant via le dosimat – et, en option, l'identification et la gestion des échantillons par un lecteur de code barre. Le programme surveille, pendant le processus, la détermination du poids des échantillons avec la balance de laboratoire numérique METTLER TOLEDO XP204. Cette balance ultra-performante, adaptée spécialement à la tâche, dispose d'une plage de pesage dynamique pour l'échantillon à saisir. Le programme détermine automatiquement – à l'intérieur d'une plage de tolérance prédéfinie en fonction de la matière – la quantité de solvant correspondante. Le système contrôle et commande ensuite, via un processus de dosage à deux niveaux, l'ajout de la quantité de solvant exactement calculée avec le dosimat. Les conditions nécessaires pour les contrôles standards peuvent être ainsi parfaitement respectées et sont reproductibles à tout moment. L'ensemble du processus de pesage et de dosage a lieu de manière rationnelle et peu encombrante dans le récipient d'échantillon pour la détermination de la viscosité avec l'autoéchantillonneur. L'identification et l'affectation des échantillons via le lecteur code barre, en option, à brancher sur le PC deviennent encore plus faciles et sûres. Toutefois, les données peuvent aussi

être entrées manuellement. Après le codage numérique de l'échantillon, celui-ci apparaît sur le display de la balance METTLER TOLEDO. Pour la suite du processus opérationnel, cette valeur doit être confirmée manuellement.

Particulièrement simple: la détermination du poids d'échantillon avec la balance METTLER TOLEDO XP204

Le processus de pesage et dosage dynamique permet de réaliser la préparation de l'échantillon d'une manière particulièrement confortable et rapide. La quantité d'échantillon pesée peut nettement diverger – autrement que pour un procédé conventionnel – de la quantité standard prescrite. La plage de mesure flexible, en particulier pour des granulés difficilement dosables ou des semi-produits difficiles à préparer, constitue un avantage. Jusqu'à présent, ceux-ci devaient tout d'abord être optimisés manuellement, au prix de beaucoup d'effort et de temps. L'ajout de l'échantillon a lieu simplement et confortablement via un entonnoir de remplissage situé au-dessus de la balance. L'échantillon lui-même est collecté dans la bouteille d'échantillon, taré et équipé d'un agitateur magnétique. Le système surveille automatiquement le respect des valeurs limites et signale les différences par rapport aux valeurs consignées. Le dépassement dans un sens ou dans l'autre de la bande de tolérance est affiché graphiquement et « protocolé ». Si nécessaire, l'utilisateur doit procéder à des corrections correspondantes sur la quantité pesée. Si celle-ci se situe à l'intérieur de la plage autorisée, la valeur calculée est confirmée et validée pour la suite du processus.

Le système de dosage exact

Après acceptation de la valeur de pesage, la quantité nécessaire de solvant est calculée et communiquée au dosimat avec le solvant correspondant. L'ensemble du processus de pipetage est surveillé en ligne, gravimétriquement, par la balance. L'ajout de solvant a lieu via un tube capillaire de dosage dans la balance. Dans une première étape de dosage, seule une partie du solvant est tout d'abord ajoutée. Après comparaison de deux valeurs attendues théoriquement et du poids réellement calculé, l'ajout du reste du solvant a lieu dans une autre étape. Les variations de densité du solvant en fonction de la température peuvent être ainsi compensées de manière très précise et sans erreur. On règle ainsi toujours fiabilité la proportion exacte des masses de solvant, par ex. 0.5 g/dl. Cette mesure intermédiaire de précision réduit considérablement l'ensemble du temps de dosage nécessaire en comparaison avec des systèmes conventionnels. Pour obtenir ici une précision acceptable, il faut adapter la vitesse de dosage au système de pesage. A la fin de l'opération de dosage, la vitesse devait être jusqu'à présent fortement ralentie.

Mesure de viscosimétrie moderne avec LAUDA PVS

A la fin du dosage et confirmation par l'utilisateur, la description d'échantillon, l'identification de la bouteille d'échantillon, la méthode de mesure ainsi que le poids réel et la quantité de dosage sont transmis automatiquement au programme de commande central. L'échantillon est ainsi à disposition dans une liste de commandes pour des commandes en cours. Le display graphique clair du LAUDA PVS définit leurs états de processus spécifiques. Le codage couleur clair permet à tout moment une vue d'ensemble du système rapide et sûr. Pour la version autoéchantillonneur, un confortable drag & drop permet à l'utilisateur de glisser sur l'écran le nom de l'échantillon de la liste des commandes en cours sur une position librement choisie dans le rack d'échantillons virtuel. Immédiatement après, l'écran affiche le message codé en couleur sur l'état „échantillon prêt pour le message“. L'échantillon est ainsi déblocqué



Le système de mesure de viscosité PVS dans la version autoéchantillonneur VAS1/4 avec système de pesage et de dosage et bloc d'agitateur magnétique chauffable



Balance METTLER TOLEDO XP204 avec entonnoir de remplissage et tube capillaire de dosage de solvant intégré

pour la mesure de viscosité et un élément de la liste d'attente des commandes à traiter. Les échantillons de mesure sont reconnaissables au symbole de couleur vert. Immédiatement après a lieu l'analyse automatique au moyen du programme PVS et le cas échéant l'impression du résultat de mesure.

Plus de puissance et de sécurité

Le nouveau système de pesage et de dosage de LAUDA – METTLER TOLEDO présente de nets avantages par rapport à la méthode manuelle: la pesée de l'échantillon est extrêmement simplifiée et plus confortable aussi. La dépense de temps se réduit à env. 1 min seulement – en comparaison avec env. 15 minutes pour la méthode conventionnelle. Un autre gain de temps considérable est dû au fait que les opérations 6 à 9 de la méthode manuelle sont supprimées. Le temps de processus se réduit d'une manière significative et le débit d'échantillon augmente. De plus, l'utilisateur profite de la plus grande précision des résultats de dosage et des aspects techniques de sécurité. Le nouveau système de pesage et de dosage de LAUDA – METTLER TOLEDO représente une extension novatrice et économique du système de viscosimétrie PVS, déjà éprouvé.