

De meilleurs résultats rhéologiques : créer des SOP qui génèrent des mesures rhéologiques efficaces

Auteurs

Cornelia Küchenmeister-Lehrheuer, Fabian Meyer
Thermo Fisher Scientific, Karlsruhe, Allemagne

Les mesures rhéologiques jouent un rôle important dans le contrôle qualité de nombreux matériaux liquides et semi-solides. Cela inclut l'évaluation finale du produit de même que l'inspection des propriétés des matières premières et des produits intermédiaires entrants. Pour être rapide et efficace, le contrôle qualité exige généralement une capacité de traitement des échantillons élevée et une évaluation claire de l'échec ou de la réussite des échantillons testés, indépendamment de la technique de mesure utilisée. Pour garantir un fonctionnement homogène du contrôle qualité, l'établissement de procédures opérationnelles normalisées (SOP) peut être très utile.

Les SOP sont des instructions écrites, détaillées étape par étape, qui fournissent une ligne directrice lors des opérations courantes. Elles garantissent une manipulation correcte des échantillons, le fonctionnement correct des instruments (même pour un personnel non aguerri) et un enregistrement et une gestion corrects des données. Une SOP bien rédigée garantit une évaluation rapide de l'échantillon pour une commercialisation rapide du produit ou du lot.

Une SOP exhaustive pour des mesures rhéologiques courantes doit au moins inclure les éléments suivants :

- La préparation et la manipulation de l'échantillon avant son chargement dans le rhéomètre
- Le chargement et le traitement corrects de l'échantillon dans le rhéomètre avant la prise de mesures
- Une procédure de mesure et d'évaluation des données
- La génération d'un rapport et le stockage des données
- La préparation du rhéomètre pour la mesure suivante

Un rhéomètre de contrôle qualité moderne, accompagné de son logiciel de contrôle, fournit des outils et des caractéristiques utiles qui facilitent l'établissement d'une SOP exhaustive et le fonctionnement des instruments sans erreur. Ces caractéristiques, de même que les éléments nécessaires listés ci-dessus, sont décrits en détail dans les paragraphes suivants.

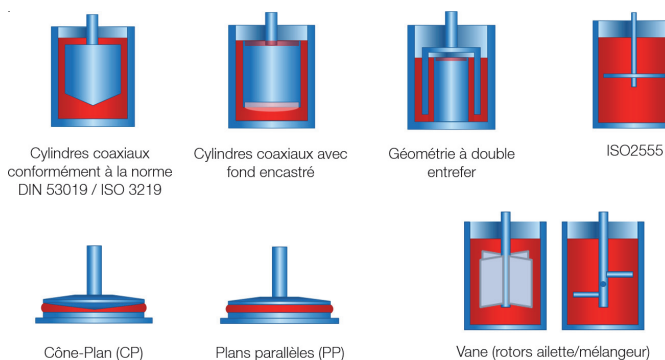


Fig. 1 : aperçu des géométries des mesures standard.

Sélectionner la bonne géométrie de mesure

La sélection de la géométrie de mesure adéquate joue un rôle important dans les mesures rhéologiques et il s'agit de la première étape vers une mesure réussie. Les choix sont nombreux, et la géométrie de mesure idéale dépend de la plage de mesure du rhéomètre, des propriétés de l'échantillon et des paramètres de mesure. Une vue des différents types de géométries standard est affichée dans la Fig. 1 alors que le tableau 1 fournit des informations sur le type de géométrie qui peut être utilisé pour différents types de matériaux. Des informations plus détaillées sur la façon de sélectionner la géométrie adaptée sont disponibles dans notre Note d'application, « Bien préparés pour de bons résultats » [1].

Les outils du logiciel tels que le calculateur de plage du logiciel Thermo Scientific™ HAAKE™ RheoWin™ fournissent une assistance pour sélectionner la meilleure géométrie de mesure pour une tâche rhéologique spécifique (Fig. 2). En fonction de la viscosité du matériau testé, cet outil calcule automatiquement la vitesse de cisaillement et la plage de contrainte de cisaillement optimales pour toute géométrie de mesure. Si la plage opérationnelle est trop petite, une géométrie différente devra être sélectionnée.

	liquides de faible viscosité	liquides de viscosité moyenne	liquides de grande viscosité	semi-solides fragiles	gels	particules plus grosses
cône-plan	✓	✓	✓	✓	✗	✗
plans parallèles	✓	✓	✓	✓	✓	(✓)
cylindres coaxiaux	✓	✓	✗	✓	✗	(✓)
rotor vane	✗	✗	✗	✓	✗	✓

Tableau 1: aperçu des plages de mesures pour les géométries standard.

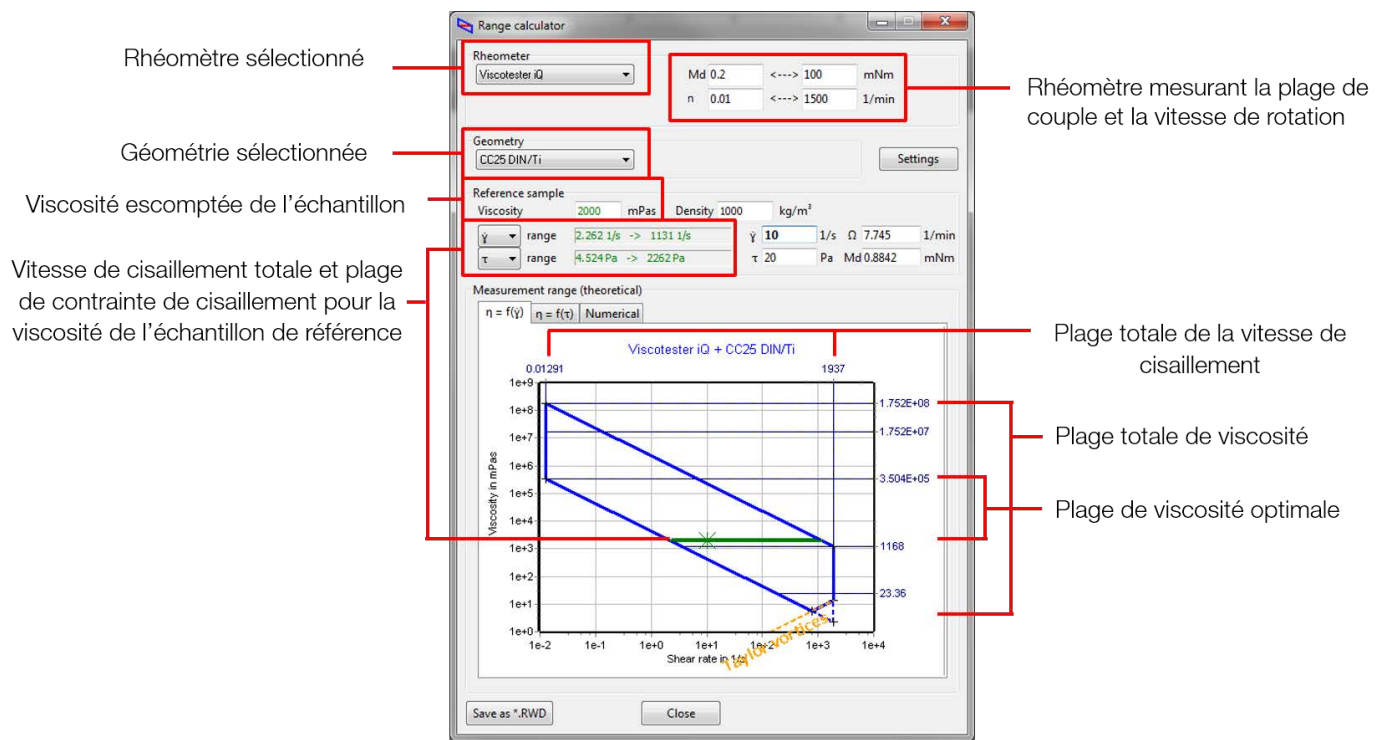


Fig. 2 : outil calculeur de plage du logiciel HAAKE RheoWin.

Pour les mesures de contrôle qualité reproductibles, il convient de toujours utiliser le même type de géométrie de mesure pour une procédure de test d'échantillon spécifique. Le rhéomètre doit donner un message d'information à l'opérateur si la mauvaise géométrie de mesure est sélectionnée. Idéalement, une procédure de mesure ne peut pas être effectuée sans que la géométrie de mesure correcte ne soit sélectionnée (Fig. 3).

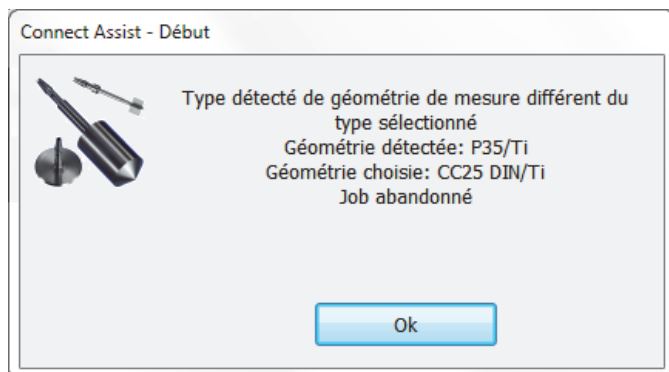


Fig. 3 : message Connect Assist du logiciel HAAKE RheoWin.

Préparation et manipulation de l'échantillon avant son chargement dans le rhéomètre

Avant qu'un échantillon ne puisse être testé avec un rhéomètre, certaines étapes de pré-conditionnement peuvent être nécessaires pour garantir des résultats comparables et reproductibles. Pour les matériaux inhomogènes qui montrent une tendance à la séparation des phases, cela peut inclure, par exemple, un mélange des pré-mesures ou des étapes. Une autre possibilité consiste à chauffer l'échantillon dans une armoire chauffante avant de le charger dans le rhéomètre. Ces étapes doivent être définies dans la SOP aussi précisément que possible pour garantir que chaque échantillon est préparé pour la mesure exactement de la même façon.

Chargement et traitement corrects de l'échantillon dans le rhéomètre

Pour les matériaux très thixotropes, il est également important que tous les échantillons soient chargés ou remplis dans la géométrie de mesure de la même façon et avec les mêmes outils. Mais le chargement correct des échantillons requiert également que la bonne quantité de matériaux soit chargée dans la géométrie de mesure.



Fig. 4 : jauge de niveau pour les géométries de cylindres coaxiaux.

Les plans parallèles (PP) et cône-plan (CP) sont généralement d'abord sur-remplis puis « ébavurés » à la quantité de remplissage appropriée en utilisant une spatule ou un outil similaire après que l'entrefer de mesure a été paramétré.

Pour les cylindres coaxiaux, des accessoires tels que des jauges de niveau (Fig. 4) ou des outils qui mesurent le niveau de remplissage par ultrasons (Fig. 5) peuvent être utilisés pour garantir que le volume approprié d'échantillon est utilisé. Dans tous les cas, il convient d'éviter le sur-remplissage ou le sous-remplissage excessif. Le logiciel du rhéomètre doit fournir des informations à l'opérateur, et une assistance pour le chargement approprié de l'échantillon.



Fig. 5 : outil d'assistance au remplissage (Fill Assist tool) pour le rhéomètre HAAKE Viscotester iQ.

La Figure 6 montre un message de ce type affiché au cours d'une procédure de test rhéologique.

Une fois que l'échantillon est chargé dans la géométrie du rhéomètre et que l'entrefer de mesure est paramétré correctement, l'échantillon dispose généralement d'une période de temps définie pour relaxer toutes les contraintes internes qui peuvent avoir été introduites au cours du chargement de l'échantillon de même que pour s'ajuster à la température de mesure. La durée de ces étapes d'ajustement dépend du degré de thixotropie de même que de la différence entre la température de l'échantillon avant son chargement et la température réelle du test. Pour les matériaux très thixotropes, la mise en œuvre d'une

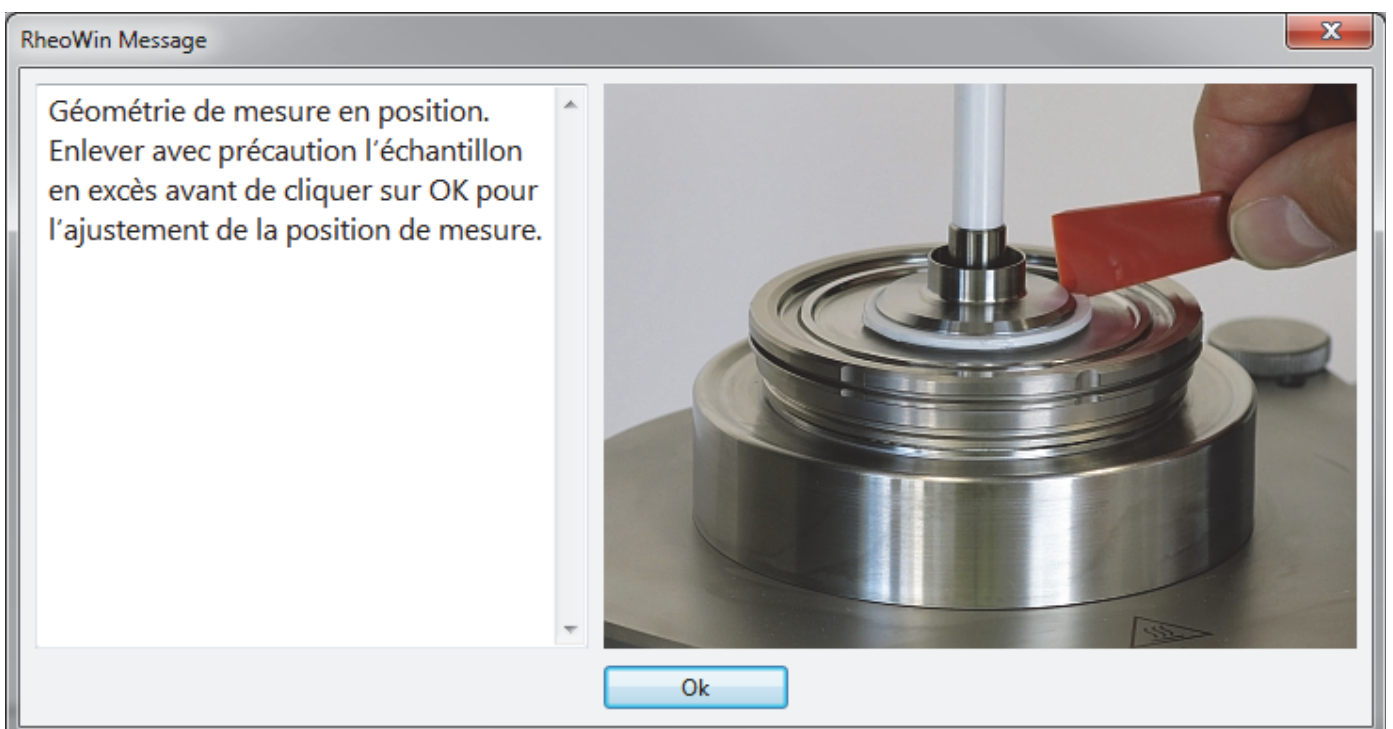


Fig. 6 : message de découpe de l'échantillon du logiciel HAAKE RheoWin.

étape de pré-cisaillement suivie par une période de repos définie peut améliorer la reproductibilité des tests et la comparabilité des résultats.

Évaluation des mesures et des données

Une fois que l'échantillon est totalement détendu et qu'il a atteint la température d'équilibre, les étapes de mesure réelles commencent. Après que le dernier point de données a été recueilli, des évaluations de données ultérieures peuvent être réalisées pour extraire les informations de contrôle qualité pertinentes à partir des résultats initiaux. Cela peut inclure des opérations mathématiques simples telles qu'une détermination ou une interpolation des valeurs moyennes de même que l'application de modèles rhéologiques. Un aperçu complet des possibilités d'évaluation des données du logiciel HAAKE RheoWin est disponible dans notre Note d'application, caractéristiques du logiciel HAAKE RheoWin pour le contrôle qualité et les mesures courantes [2].

Génération de rapports, stockage des données, préparation pour la mesure suivante

À la fin de toutes les étapes d'évaluation des données, le logiciel du rhéomètre doit fournir une évaluation claire de l'échantillon, avec idéalement une classification « échec ou réussite » tel qu'indiqué sur la Figure 7. La procédure de mesure prend fin avec la génération du rapport de mesures automatisé et/ou le transfert des données dans un système de gestion de l'information du laboratoire, suivi(s) par des instructions sur la façon de préparer le rhéomètre pour la mesure suivante. Une procédure de mesure complète qui inclut une pré-mesure du traitement de l'échantillon, une procédure de cycle d'hystérésis thixotropique, une évaluation automatique des données et la génération d'un rapport est affichée sur la Figure 8.

Une telle procédure de mesure est généralement établie par le responsable de laboratoire et exécutée par différents opérateurs.

Le système de gestion des utilisateurs dans le logiciel du rhéomètre permet de paramétrer le système avec différents niveaux d'autorisation et d'accès selon les utilisateurs (Fig. 9) [3]. Cela permet d'éviter des manipulations indésirables de la procédure de mesure tout en garantissant des résultats de contrôle qualité dignes de confiance.

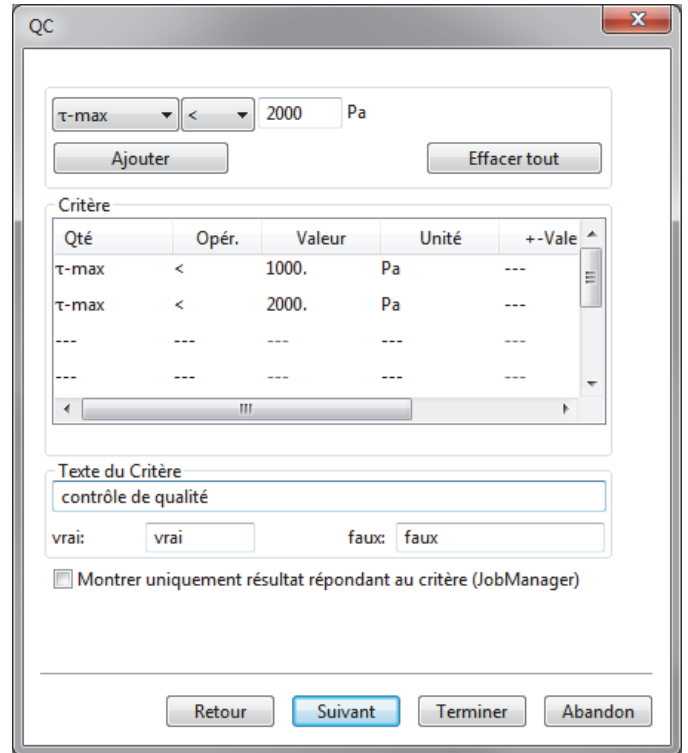
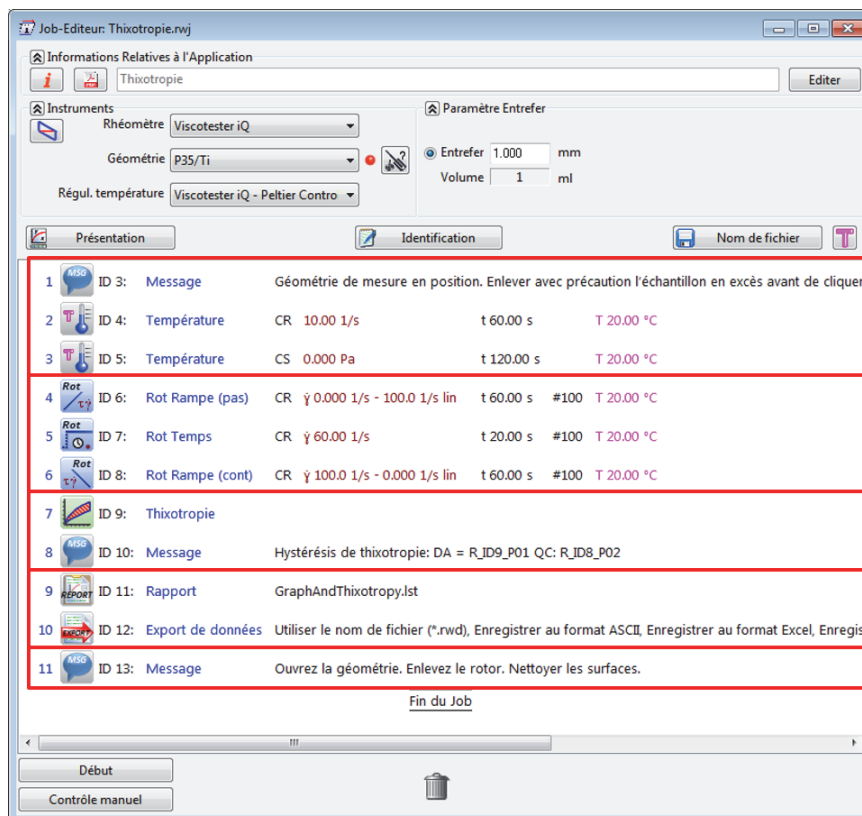


Fig. 7 : définition des critères de contrôle qualité dans le logiciel HAAKE RheoWin.



Découpe de l'échantillon et traitement de pré-mesure de l'échantillon

Étapes de mesure réelle

Évaluation automatique des données et affichage des résultats

Génération automatique du rapport et stockage des données sous différents formats

Instructions supplémentaires pour le nettoyage de la géométrie et la préparation du rhéomètre pour la mesure suivante

Fig. 8 : procédure de test complète du logiciel HAAKE RheoWin.

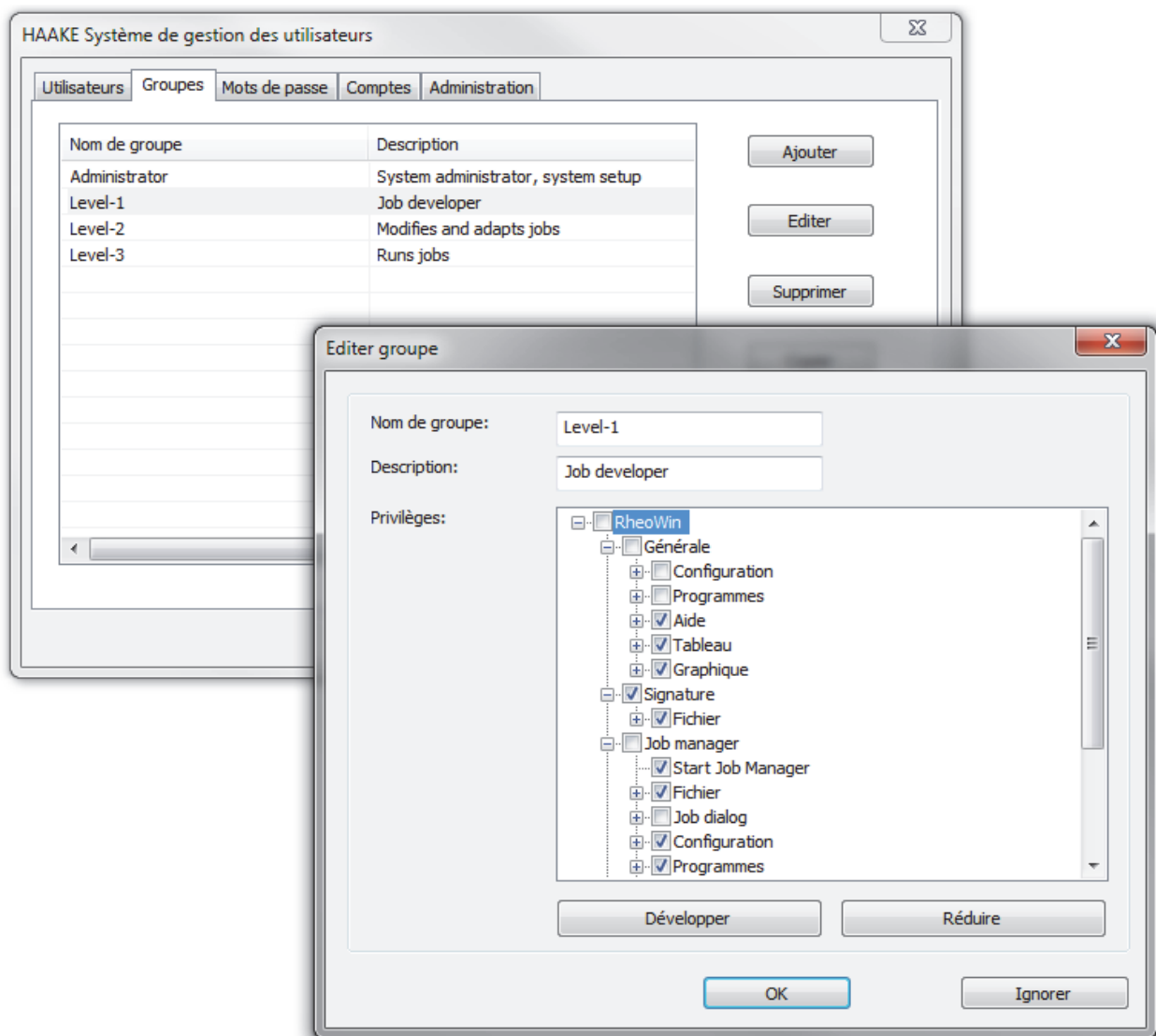


Fig. 9 : outil de gestion des utilisateurs du logiciel HAAKE RheoWin.

Conclusion

Les procédures opérationnelles normalisées garantissent un fonctionnement de contrôle qualité homogène et identique avec des données fiables et une évaluation « échec ou réussite » claire de l'échantillon même pour les utilisateurs non aguerris.

Un contrôle qualité rapide et efficace nécessite une capacité de traitement des échantillons élevée et une évaluation « échec ou réussite » claire pour tous les utilisateurs. Les SOP garantissent des opérations de contrôle qualité constantes et homogènes dès lors qu'elles sont rédigées exhaustivement et incluent les éléments clés suivants : préparation et manipulation de l'échantillon, chargement de l'échantillon, mesures et évaluation, rapports et stockage des données, et préparation pour les mesures suivantes.

Depuis les géométries automatiquement reconnues jusqu'aux fonctionnalités de retour d'information du logiciel de contrôle, les rhéomètres modernes disposent de nombreux outils pour assister le développement d'une SOP efficace et exhaustive.

Références

- [1] Thermo Fisher Scientific Application note V248 « Bien préparés pour de bons résultats », Cornelia Küchenmeister-Lehrheuer and Klaus Oldörp
- [2] Thermo Fisher Scientific Application note V223 « Logiciel HAAKE RheoWin - Caractéristiques pour le contrôle qualité et les mesures courantes », Fabian Meyer
- [3] Spécifications produit Thermo Fisher Scientific « Outils 21 CFR Part 11 du logiciel HAAKE RheoWin »

Pour en savoir plus, veuillez consulter
thermofisher.com/rheometers