
Informations internes sur L'AGRICULTURE

**Méthodes pour la détermination
du taux d'humidité du tabac**

COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES

DIRECTION GÉNÉRALE DE L'AGRICULTURE

DIRECTION « ÉCONOMIE ET STRUCTURE AGRICOLES » – DIVISION « BILANS, ÉTUDES, INFORMATION »

METHODES POUR LA DETERMINATION DU TAUX D'HUMIDITE DU TABAC

Série : "Informations Internes sur l'Agriculture"

n° 91

Cette étude vient de paraître en langue française.
La version allemande est en préparation.

Le présent volume contient la synthèse de travaux effectués dans le cadre d'une recherche technico-scientifique sur les méthodes pouvant être appliquées pour déterminer le taux d'humidité du tabac.

Cette recherche a été entreprise dans la préoccupation de trouver une ou plusieurs méthodes pratiques de détermination de l'humidité au niveau de la collecte. Il est en effet indispensable de relever à ce niveau le poids net du tabac en vue du paiement de la prime ainsi que pour déterminer le prix à payer par l'organisme d'intervention. Les systèmes et méthodes adoptées jusqu'à présent diffèrent selon l'Etat membre.

Dans une première étape la recherche comporte une analyse systématique et critique de la littérature et des expériences relatives aux différentes méthodes de détermination de l'humidité du tabac, des types de procédés, des appareillages ainsi que des appréciations des résultats obtenus. Un tableau synoptique, en annexe à l'étude, donne un aperçu de ces méthodes. Sur base de cette analyse préalable ont été choisis une méthode de référence de laboratoire ainsi que trois appareillages qui semblaient les plus appropriés pour arriver à une détermination pratique précise, rapide et peu coûteuse de l'humidité du tabac.

- 2 -

A l'aide de ces appareillages une série d'analyses a été faite sur des échantillons de plusieurs variétés de tabac en feuille ou emballé dans trois laboratoires différents et dans des conditions de travail aussi uniformes que possible.

Les résultats des analyses sont soumis à une comparaison critique sous l'angle de leurs comparabilité et reproductibilité.

Par ailleurs ont été examinés les avantages et les inconvénients d'ordre pratique des méthodes retenues ainsi que leur coût.

Informations internes sur L'AGRICULTURE

Méthodes pour la détermination du taux d'humidité du tabac

COMMISSION DES COMMUNAUTES EUROPEENNES

DIRECTION GENERALE DE L'AGRICULTURE

DIRECTION «ECONOMIE ET STRUCTURE AGRICOLES» – DIVISION «BILANS, ETUDES, INFORMATION»

AVANT - PROPOS

Dans le cadre de son programme d'études, la Direction Générale de l'Agriculture des Communautés Européennes a confié à un groupe d'experts la réalisation de cette étude.

Ce groupe d'experts était composé de :

- M. Jacques FLESSELLES, Ingénieur en Chef au Centre d'Essais du SEITA à Fleury-les-Aubrais;
- M. Nicola CARUGNO, Directeur du Laboratoire Central de Chimie au Monopole des Tabacs à Rome;
- M. Francesco TAFURI, Professeur de Chimie Agricole à l'Université de Perugia;
- M. Max von BETHMANN, Directeur du Département Recherche et Développement de la A.G. Martin BRINKMANN à Bremen.

Le présent volume constitue la synthèse des travaux de recherches en laboratoires menés par les experts et dégage les conclusions de l'étude collective. Il a été préparé par M. Jacques FLESSELLES et a obtenu - après examen et discussion au sein du groupe d'experts - l'agrément de celui-ci.

Ont participé aux travaux les Divisions "Bilans, Etudes, Information" et "Tabac, houblon, pommes de terre et autres produits des cultures spécialisées" de la Direction Générale de l'Agriculture.

La présente étude ne reflète pas nécessairement les opinions de la Commission des Communautés Européennes dans ce domaine et n'anticipe nullement sur l'attitude future de la Commission en cette matière.

S O M M A I R E

| | <u>Page</u> |
|---|-------------|
| I - Introduction | 1 |
| II - Organisation de l'Expérience | 3 |
| 1) Echantillons | 3 |
| 2) Procédés et matériels | 4 |
| 3) Comparaison des systèmes de correction | 5 |
| III - Résultats | 12 |
| A) Résultats mis en évidence par les Experts | 12 |
| a) Ecart entre Benzol et autres procédés | 12 |
| b) Régressions linéaires | 13 |
| B) Analyse des résultats pris dans leur ensemble | 14 |
| a) Analyse de la variance à trois facteurs contrôlés | 15 |
| b) Etablissement des régressions linéaires | 16 |
| c) Etude des écarts-types de reproductibilité | 22 |
| C) Conclusions d'ordre statistique | 22 |
| IV - Commentaires généraux | 24 |
| A) sur l'expérience elle-même | 24 |
| B) sur les matériels et procédés pratiques correspondants | 24 |
| a) Observations concernant l'emploi des procédés | 24 |
| b) Observations concernant le coût des procédés | 27 |
| V - Conclusions générales | 29 |

ANNEXES

| | |
|----------------------|--|
| Annexe no. 1..... | Barème de corrections Brabender |
| Annexe no. 1 bis.... | Correction de température à l'étuve Beaudesson |
| Annexe no. 1 ter.... | Conditions de mesure à l'étuve Ghezzi |
| Annexes nos 2 et 3.. | Analyse de variance et décomposition du terme "procédé" |
| Annexes nos 4 et 5.. | Moyennes par facteurs et combinaisons de facteurs |
| Annexes nos 6 et 7.. | Régressions linéaires |
| Annexe no. 8..... | Calcul du coût unitaire des analyses dans différentes hypothèses de travail |
| Annexe A | Etude de la littérature concernant les procédés de mesure de l'humidité du tabac |
| | Tableau synoptique des méthodes de détermination de l'humidité dans le tabac |
| Annexe B | Note sur l'hygroscopicité des tabacs |
| Annexe C | Détermination de l'humidité du tabac par la distillation azéotrope au benzol - Méthode de référence |
| Annexe D | Note sur l'échantillonnage des tabacs en feuilles en vue de la détermination de leur taux d'humidité |

TABLEAUX ET ILLUSTRATIONS DANS LE TEXTE

- Planche photographique
- Schéma d'interprétation de la régression linéaire
- Tableau 1 : Tabacs destinés aux analyses
- Tableaux 2 et 3: Résultats de mesures (moyennes et écarts-types)
- Tableaux 4 et 5: Analyse de variance de la reproductibilité

I - INTRODUCTION

L'attribution de primes à l'achat des tabacs de la Communauté s'assortit évidemment de conditions liées aux qualités et quantités échangées, lesquelles doivent prendre en compte le taux d'humidité de la matière,

- . d'une part pour que la qualité de référence puisse être physiquement définie, non seulement par ses caractéristiques de provenance et de grade, mais encore par sa teneur en eau,
- . d'autre part pour que les lots faisant l'objet de transaction puissent être comparés à la qualité de référence et que leur masse puisse être rapportée, s'il y a lieu, et dans certaines limites, à la valeur standard d'humidité.

Remarque : Dans le présent rapport, les expressions "tabacs en feuilles" et "tabacs emballés" ont le sens prévu par la réglementation communautaire.

La détermination des taux d'humidité sur les "tabacs en feuilles" ou sur les "tabacs emballés" se ramène à deux séries de problèmes :

- . l'échantillonnage correct des lots à représenter,
- . le choix de méthode de mesures précises, rapides et pratiques.

La présente étude concerne la deuxième de ces problèmes.

Au préalable, a été effectuée une étude systématique de la littérature existante et des travaux publiés sur les méthodes de détermination du taux d'humidité du tabac, dont on trouvera l'essentiel en Annexe A.

Le procédé à adopter sur le plan communautaire devait répondre aux exigences suivantes :

Fournir des résultats exacts et reproductibles et d'autre part être suffisamment rapide, de mise en oeuvre aisée et, de ce fait, ne pas nécessiter l'emploi pour les mesures d'un personnel spécialement qualifié. Enfin le coût du matériel ne devait pas dépasser certaines limites.

Les procédés qui satisfont le mieux aux conditions ci-dessus sont fondés sur le séchage par chauffage de l'échantillon. Pour cette raison l'expérience entreprise a comparé les résultats obtenus au moyen de trois appareils, proposés par les Experts, dans lesquels la dessiccation est obtenue par chauffage, avec les résultats donnés par la distillation azéotropique au benzène : Cette dernière méthode a été choisie comme méthode de référence car, non seulement elle est suffisamment bien définie et par conséquent reproductible de façon sûre, mais elle donne en outre des résultats indiscutables sur le plan théorique.

TABLEAU 1

TABACS DESTINES AUX ANALYSES

| N° de référence officiel de la Communauté | Type | Variété | Qualité de référence | Pays de provenance |
|---|-----------------|-------------------------|--|--------------------|
| 2 | Light air cured | Badischer Burley | Hauptgut (Leaves) de classe I | Allemagne |
| 11 a | Light air cured | Burley Italien | Feuilles de catégorie A | Italie |
| 4 a | Dark air cured | Paraguay | Feuilles médianes (leaves) de classe 2 | France |
| 1 a | Dark air cured | Badischer Geudertheimer | Hauptgut (Leaves) de classe I | Allemagne |
| 14 | Dark air cured | Beneventano | Feuilles de catégorie B | Italie |
| 12 a | Fire cured | Kentucky | Feuilles de catégorie B | Italie |
| 3 | Flue cured | Virgin SCR | Feuilles de classe I | Allemagne |
| 10 | Flue cured | Bright | Feuilles de catégorie A | Italie |
| 16 | Sun cured | Perustitza | Feuilles de catégorie B | Italie |

L'expérience collective dont il est rendu compte s'est donc proposé de comparer ces trois procédés à la méthode standard, ce sur 9 variétés de tabac les plus représentatives de la production communautaire, à l'état de tabacs emballés de la récolte 1970 et à l'état de tabacs en feuilles de la récolte 1971, dans trois laboratoires d'essais en Allemagne, en France, en Italie, équipés de matériels homologues.

Cette expérience s'est déroulée en deux phases échelonnées de Septembre 1971 à Février 1972.

II - ORGANISATION DE L'EXPERIENCE

1° - Echantillons

Les échantillons retenus sont récapitulés dans le tableau n° 1 ci-contre.

Ils ont été préparés de la façon suivante :

- . Hachage sans réhumidification ou séchage sur hachoir à tabac à 0,8 mm de largeur de coupe,
(Les Experts ont, selon le cas et leurs disponibilités en matériel, employé soit un hachoir à échantillons, soit un coupeur à disques, soit un hachoir de production).
- . Repos en récipient étanche pendant 24 heures d'une quantité au moins égale à 10 kg,
- . Constitution par échantillonnage de 4 lots de 2 kg chacun destinés aux mesures,
- . Emballage sous sac plastique étanche d'épaisseur 80 μ (minimum) à 200 μ (maximum), thermosoudé,
- . Pesée du sac et de la tare,
- . Inscription des références du lot et des poids brut et net.

Trois des échantillons étaient destinés aux Experts, le quatrième était conservé à titre de secours : le déroulement de l'expérience dans d'excellentes conditions a entraîné que, pour aucune des variétés, il n'a été nécessaire de faire appel au lot de secours.

En ce qui concerne les tabacs en feuilles, le schéma de préparation a comporté en outre les précautions suivantes :

- . Pulvérisation de 10 cm³ de toluol (toluène) pour 8 à 10 kg, après hachage pour éviter les moisissures,
- . Emballage sous double sac.

2° - Procédés et matériels

Les procédés suivants ont été retenus d'un commun accord pour l'expérience collective :

a) Distillation azéotropique au benzol (comme méthode de référence)

- Principe

Le benzol forme avec l'eau un mélange azéotropique à deux phases à point d'ébullition minimum. A l'ébullition, la vapeur qui se forme se condense dans un réfrigérant : le liquide condensé se sépare en deux phases distinctes (démixtion de l'hétéroazéotrope), que l'on isole par décantation dans un réceptacle gradué, le benzène surnageant au-dessus de l'eau.

L'ébullition entraîne un appauvrissement progressif du mélange initial en eau : L'opération se poursuit jusqu'à extraction complète de toute l'eau contenue dans l'échantillon.

- Appareillage

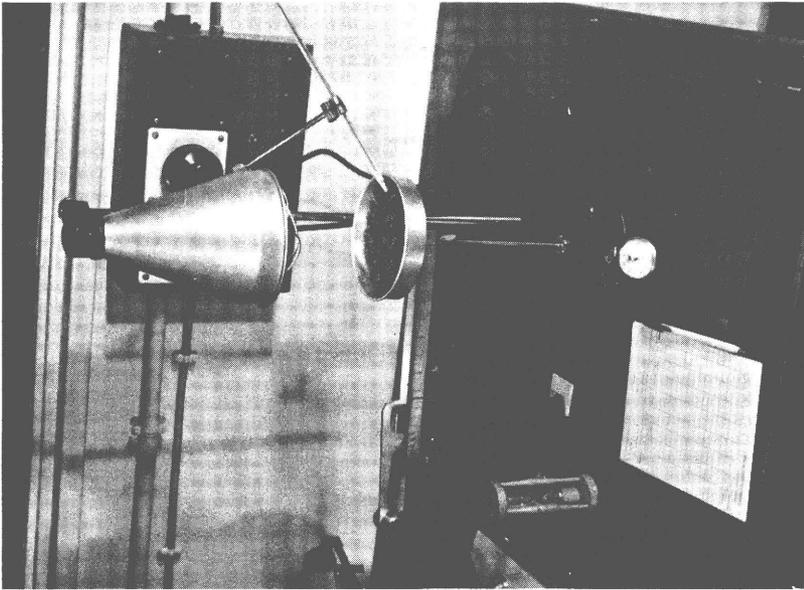
Appareil Dean-Stark à démixtion conforme aux spécifications de la norme allemande DIN 51.282 (anciennement 53.656), complétée par les spécifications du Beitrage zur Tabakforschung n° 8/62.
Ballon de 1 000 ml. Réfrigérant ascendant.

On trouvera en annexe C des précisions sur l'appareillage et le mode opératoire adoptés.

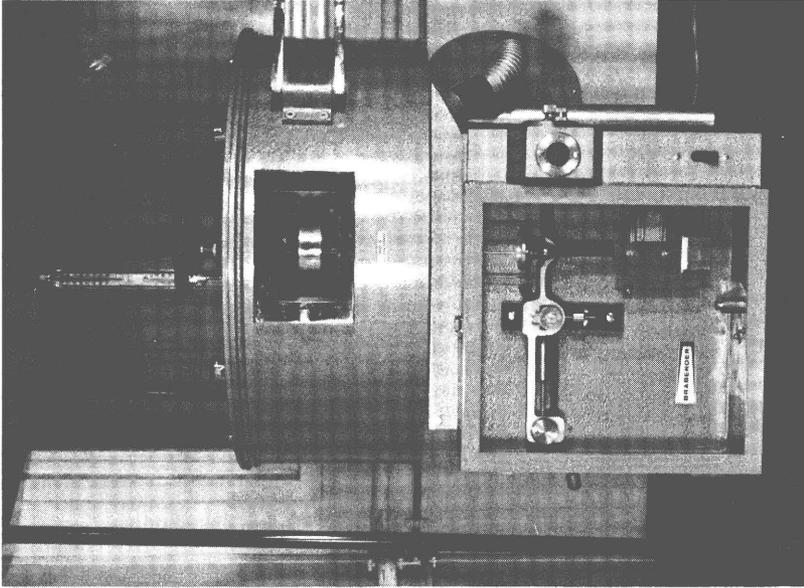
- Mode opératoire

La masse d'épreuve était de 50 g par échantillon, plongée dans 350 ml de benzène pur. Pour les échantillons très humides de la deuxième série de mesures, les Experts ont adopté des masses légèrement inférieures (35 à 40 g) selon le cas, le volume du réceptacle à eau pouvant se révéler insuffisant.

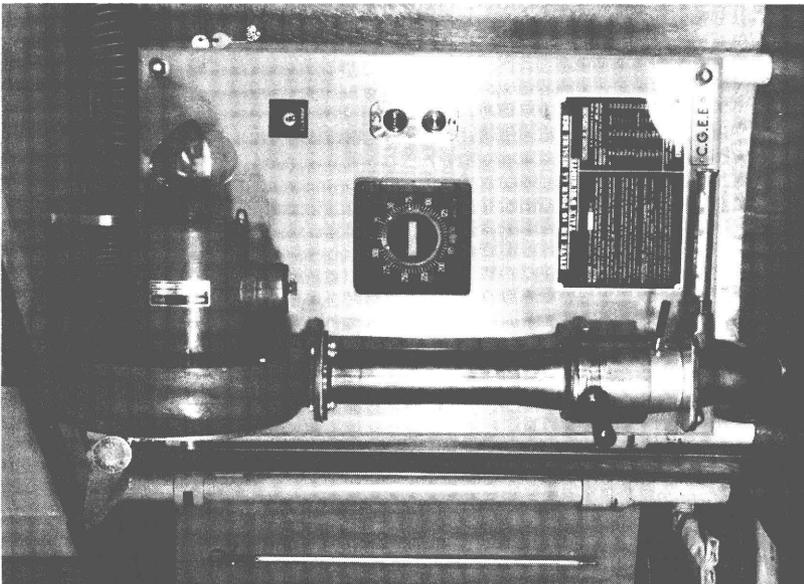
Le temps de distillation a été fixé à 90 minutes.



ETUVE GHEZZI



ETUVE BRABENDER



ETUVE BEAUDESSON

La vitesse de distillation, non uniformément fixée pour la première phase, a été égale à

| | | |
|-----------|-----------|----------|
| 13 ml/mn, | 22 ml/mn, | 28 ml/mn |
| (Aubrais) | (Rome) | (Brême) |

dans respectivement chacun des trois laboratoires.

L'influence de ce paramètre étant apparue au cours de l'expérience, la vitesse de distillation a été alors uniformément fixée à 30 ml/mn pour la deuxième phase.

La lecture de l'eau recueillie se fait volumétriquement. Le calcul du taux d'humidité s'effectue par simple conversion proportionnelle.

b) Etuve Beaudesson EM 10 (Cf. planche n° 1)

Sécheur électrique à air chaud dans lequel l'air traverse l'échantillon à sécher par convection forcée à l'aide d'un ventilateur ad hoc. Le taux d'humidité est déterminé par pesée avant et après séchage, le peson étant gradué de façon que l'indication donnée pour la masse de 10g sur laquelle on opère, corresponde directement à la valeur du taux d'humidité en %(pour cent).

- Mode opératoire

Une dose de 10 g est pesée dans une coupelle à fond perforé, puis engagée dans la colonne de séchage où elle est maintenue par une virole hélicoïdale. L'étuve est mise en marche pendant 5 minutes, au cours desquelles l'air chaud provoque le séchage de l'échantillon. Au bout de 5 minutes, une minuterie arrête le processus. On relève la température atteinte par l'air à la fin du séchage grâce à un thermomètre incorporé. L'échantillon est pesé ; son humidité est relevée directement et corrigée s'il y a lieu de quelques 1/10 de % en plus ou en moins selon la température relevée, suivant un barème fixé à l'appareil. On trouvera ce barème en annexe 1 bis.

c) Étuve Brabender (Cf. planche n° 1)

Il s'agit d'un sécheur électrique constitué par une enceinte cylindrique thermorégulée et ventilée par convection forcée, dans laquelle on place simultanément dix coupelles métalliques garnies chacune de 10 g de tabac. Ces coupelles sont placées sur un plateau rotatif à dix positions qui permet, grâce à un volant de manoeuvre central, d'amener successivement, après le séchage, chacune des coupelles à un poste de pesée inclus dans l'appareil : Un système de leviers permet de placer successivement les coupelles sur le fléau d'une balance incorporée sans avoir à sortir les échantillons de l'enceinte. La balance est à indicateur optique et donne une lecture directe du taux d'humidité. Une seconde balance est adjointe à l'appareil, laquelle ne sert qu'à la préparation des doses initiales.

Les conditions adoptées pour le séchage, lors de la présente expérience, sont 110 °C et 50 minutes.

- Mode opératoire

Réglage du thermomètre à 110 °C,
Mise de l'enceinte en préchauffage,
Préparation des 10 doses de 10 g par pesées,
Garnissage de l'étuve,
Séchage pendant 50 mn,
Lecture des poids pour détermination des taux d'humidité bruts.

- Correction du taux d'humidité brut

Le taux obtenu à l'étuve est un taux brut. On lui applique une correction, laquelle est fonction de la nature du tabac et de la valeur du taux d'humidité. Le barème de corrections a été établi par l'Expert allemand, par approximations successives, à l'aide des résultats de l'expérience, en relation avec les valeurs obtenues par la méthode de référence au benzol.

Les résultats visés ci-dessus ont donc été corrigés selon le barème ainsi établi donné en annexe 1.

d) Etuve Ghezzi (Cf. planche n° 1)

Sécheur à rayons infrarouges. Lorsqu'on adopte le dispositif dit "barycentrique", on place la coupelle directement sur le fléau d'une balance à curseurs. (Voir annexe 8, p. 5 ; annexe 1ter)

Grâce à un déplacement de ces curseurs, on peut réaliser l'équilibre à vide du système, la pesée de la dose de 10 g et effectuer le séchage de la dose sur la balance elle-même, en plaçant au-dessus de la coupelle une lampe infrarouge montée sur un support adéquat permettant de la centrer et d'en régler la distance à la coupelle.

A la fin du séchage, l'équilibre est rétabli par déplacement d'un curseur, ce qui permet une lecture directe du taux d'humidité, le fléau ayant été étalonné à cette fin.

Les paramètres qui définissent le séchage sont essentiellement la distance de la lampe à la coupelle et le temps d'action de la lampe.

La distance est réglée de façon à obtenir une certaine température au niveau du tabac. Celle-ci est mesurée avec un thermomètre à mercure livré avec l'appareil. Un barème qui résulte d'essais antérieurs fixe la température à atteindre selon l'état du tabac (vert, humide non fermenté, sec).

De même, le temps de mesure peut être fixé entre 10 mn et 50 mn selon le cas.

- Mode opératoire

Pour l'expérience, on a adopté les conditions suivantes :

Dispositif barycentrique dans les deux phases

1ère phase : séchage pendant 10 mn, après réglage de la distance lampe - coupelle, pour obtenir une température comprise entre 75 et 80 °C.

Dans deux laboratoires la lecture s'est effectuée avec lampe allumée, dans le troisième avec interruption du chauffage.

Entre la 1ère phase et la 2ème phase, des expériences complémentaires ont mis en évidence la nécessité de préciser le mode opératoire et de mieux définir les conditions de mesure.

2ème phase : séchage pendant 20 mn, après réglage de la distance lampe - coupelle à une valeur commune fixe : 14,5 cm. La lecture s'est effectuée dans tous les cas avec la lampe encore allumée.

NB : Il est apparu

- que les caractéristiques des appareils n'étaient pas absolument identiques entre les trois laboratoires, notamment celles des lampes :

| | AUBRAIS | ROME | BREME |
|---------------------|---------|--------|--------|
| plus grand diamètre | 124 mm | 123 mm | 120 mm |
| hauteur hors tout | 181 mm | 190 mm | 165 mm |

- que les tensions utilisées, si elles sont restées approximativement constantes à l'intérieur d'un même laboratoire, présentent certaines différences entre elles, variant de 220 à 230 V.

3° - Comparaison des systèmes de correction

Les trois procédés étudiés possèdent chacun leur système de correction propre dont la nature et la portée sont quelque peu différentes.

- a) Dans le cas de l'étuve Ghezzi, il n'y a pas de corrections à apporter à la valeur lue ; les corrections sont remplacées par la variation des conditions de mesures selon la nature de l'échantillon, c'est-à-dire par la position du curseur, la distance de la lampe et le temps de mesure ; la valeur alors obtenue est celle qui est à adopter. En revanche, les conditions de mesure varient d'un échantillon à l'autre par la position des cavaliers de tarage, la température de séchage, la durée du séchage, qui sont à fixer selon les caractéristiques physiques de l'échantillon (Cf. annexe 1 ter).
- b) Dans le cas de l'étuve Beaudesson, le temps de mesure est constant. La correction vise à compenser les écarts constatés sur la température finale par rapport à 100 °C. C'est une correction d'allure de chauffe, c'est-à-dire des écarts physiques aléatoires du processus. Elle est valable pour tous les tabacs.
- c) Dans le cas de l'étuve Brabender, on corrige systématiquement la valeur brute obtenue, indépendamment du processus lui-même, dont les paramètres sont maintenus constants. C'est une correction d'ajustement des résultats au standard. Elle dépend de la nature des tabacs.

TABLEAU 2

RESULTATS DE MESURES

| | <u>LES AUBRAIS</u> | | | | <u>RØME</u> | | | | <u>BREME</u> | | | |
|--------------------|--------------------|-------|-------|-------|-------------|-------|-------|-------|--------------|-------|-------|-------|
| | BZ. | BD. | BR. | GZ. | BZ. | BD. | BR. | GZ. | BZ. | BD. | BR. | GZ. |
| Tabacs emballés | | | | | | | | | | | | |
| BADISCH. BURLEY | 13.95 | 14.28 | 14.44 | 11.45 | 13.99 | 13.85 | 14.22 | 14.89 | 14.26 | 14.15 | 14.45 | 13.00 |
| BURLEY ITALIEN | 11.10 | 11.49 | 11.60 | 08.93 | 11.18 | 11.25 | 11.33 | 11.49 | 11.52 | 11.38 | 11.44 | 09.96 |
| PARAGUAY | 20.44 | 21.11 | 20.89 | 14.55 | 20.22 | 20.82 | 20.99 | 20.38 | 21.08 | 20.66 | 20.86 | 17.33 |
| BAD. GEUDERTH. | 09.70 | 10.21 | 10.10 | 08.39 | 09.50 | 10.00 | 09.78 | 10.42 | 09.97 | 10.59 | 10.00 | 09.40 |
| BENEVENTANØ | 14.97 | 15.07 | 15.40 | 12.66 | 14.88 | 14.91 | 15.17 | 15.62 | 15.49 | 15.15 | 15.25 | 14.03 |
| KENTUCKY | 13.85 | 14.53 | 14.16 | 12.18 | 14.14 | 14.17 | 13.83 | 14.82 | 14.34 | 14.22 | 14.27 | 13.53 |
| VIRGIN SCR | 10.64 | 10.83 | 11.00 | 09.46 | 10.50 | 10.87 | 10.58 | 11.18 | 10.83 | 10.87 | 10.87 | 10.39 |
| BRIGHT | 11.86 | 12.18 | 11.73 | 09.94 | 11.70 | 12.28 | 11.95 | 12.15 | 12.04 | 12.24 | 11.98 | 11.67 |
| PERUSTITZA | 10.38 | 10.74 | 10.63 | 08.37 | 10.30 | 10.74 | 11.07 | 10.40 | 10.51 | 10.58 | 10.66 | 09.31 |
| Tabacs en feuilles | | | | | | | | | | | | |
| BADISCH. BURLEY | 25.71 | 25.73 | 26.17 | 23.37 | 25.63 | 26.21 | 26.47 | 25.09 | 26.29 | 25.90 | 26.17 | 25.13 |
| BURLEY ITALIEN | 18.01 | 18.21 | 18.47 | 16.39 | 17.82 | 17.97 | 18.46 | 17.37 | 18.28 | 18.22 | 18.00 | 16.59 |
| PARAGUAY | 26.14 | 26.58 | 26.57 | 22.72 | 26.20 | 25.56 | 26.14 | 25.72 | 26.11 | 25.82 | 26.10 | 24.58 |
| BAD. GEUDERTH. | 22.20 | 22.70 | 22.97 | 20.81 | 21.91 | 22.03 | 22.54 | 21.69 | 21.93 | 22.04 | 21.89 | 21.57 |
| BENEVENTANØ | 24.87 | 24.92 | 25.73 | 23.12 | 24.52 | 24.72 | 25.12 | 23.89 | 24.77 | 24.52 | 25.10 | 23.00 |
| KENTUCKY | 24.62 | 24.47 | 24.70 | 22.64 | 24.20 | 24.31 | 24.50 | 22.66 | 24.58 | 24.40 | 24.54 | 22.90 |
| VIRGIN SCR | 15.73 | 15.94 | 16.53 | 14.16 | 15.31 | 15.23 | 15.87 | 14.85 | 15.41 | 15.09 | 15.49 | 14.14 |
| BRIGHT | 14.35 | 14.66 | 14.55 | 12.81 | 14.15 | 14.24 | 14.31 | 13.58 | 14.36 | 14.64 | 14.55 | 13.18 |
| PERUSTITZA | 18.07 | 18.37 | 18.67 | 16.56 | 17.77 | 18.24 | 18.16 | 17.31 | 17.97 | 18.06 | 18.18 | 17.16 |

BZ : BENZOL BD : BEAUDESSON BR : BRABENDER GZ : GHEZZI

TABLEAU 3

ECARTS-TYPES DE REPRØDUCTIBILITE
(EN 100EMES DE PØURCENT D'HUMIDITE)

| | <u>AUBRAIS</u> | | | | <u>RØME</u> | | | | <u>BREME</u> | | | |
|---------------------------|----------------|-----|-----|-----|-------------|-----|-----|------|--------------|-----|-----|----|
| | BZ | BD | BR | GZ | BZ | BD | BR | GZ | BZ | BD | BR | GZ |
| Tabacs emballés | | | | | | | | | | | | |
| BADISCH. BURLEY | 15, | 14, | 14, | 69, | 15, | 09, | 10, | 16, | 13, | 13, | 13, | 54 |
| BURLEY ITALIEN | 08, | 17, | 08, | 67, | 06, | 05, | 05, | 10, | 14, | 15, | 10, | 65 |
| PARAGUAY | 13, | 13, | 07, | 38, | 04, | 13, | 08, | 38, | 11, | 14, | 10, | 61 |
| BAD. GEUDERTH. | 08, | 17, | 06, | 29, | 08, | 08, | 10, | 06, | 09, | 30, | 17, | 47 |
| BENEVENTANØ | 08, | 15, | 09, | 30, | 10, | 06, | 16, | 12, | 14, | 13, | 18, | 62 |
| KENTUCKY | 07, | 14, | 25, | 39, | 14, | 11, | 13, | 08, | 17, | 18, | 28, | 73 |
| VIRGIN SCR | 10, | 23, | 16, | 23, | 10, | 07, | 14, | 13, | 12, | 13, | 09, | 54 |
| BRIGHT | 08, | 15, | 10, | 23, | 14, | 12, | 11, | 14, | 16, | 14, | 15, | 15 |
| PERUSTITZA | 05, | 14, | 10, | 22, | 11, | 09, | 05, | 26, | 03, | 14, | 19, | 19 |
| Tabacs en feuilles | | | | | | | | | | | | |
| BADISCH. BURLEY | 30, | 38, | 34, | 44, | 26, | 52, | 60, | 43, | 32, | 66, | 76, | 55 |
| BURLEY ITALIEN | 20, | 18, | 18, | 27, | 14, | 27, | 25, | 17, | 15, | 50, | 48, | 24 |
| PARAGUAY | 36, | 23, | 23, | 51, | 43, | 49, | 76, | 57, | 35, | 50, | 29, | 51 |
| BAD. GEUDERTH. | 25, | 19, | 18, | 32, | 30, | 11, | 34, | 17, | 14, | 14, | 23, | 36 |
| BENEVENTANØ | 30, | 43, | 41, | 26, | 30, | 34, | 10, | 26, | 17, | 35, | 39, | 49 |
| KENTUCKY | 24, | 19, | 16, | 22, | 35, | 28, | 21, | 155, | 24, | 21, | 20, | 18 |
| VIRGIN SCR | 17, | 22, | 22, | 27, | 13, | 22, | 35, | 11, | 10, | 26, | 28, | 38 |
| BRIGHT | 12, | 15, | 14, | 17, | 13, | 07, | 11, | 06, | 10, | 18, | 13, | 17 |
| PERUSTITZA | 31, | 19, | 21, | 17, | 18, | 23, | 26, | 22, | 12, | 18, | 28, | 18 |

III - RESULTATS OBTENUS

On trouvera ci-contre deux tableaux de résultats essentiels qui regroupent les valeurs obtenues par les experts.

Le tableau (2) donne les valeurs moyennes de l'humidité, par phase, par échantillon, par laboratoire, par procédé.

Le tableau (3) donne les écarts-types de reproductibilité présentés selon les mêmes éléments.

Il convient de préciser que :

- . Toutes valeurs "Brabender" figurant sur ce tableau sont corrigées d'après le barème (Annexe 1).
- . Les écarts-types de reproductibilité sont les écarts quadratiques moyens "intra" des 10 mesures répétées relatives à chaque combinaison.
Ces écarts sont, par mesure de commodité, exprimés en 1/100 de point.

L'analyse de ces résultats comporte deux parties :

- A) La synthèse des résultats dégagés individuellement par les experts.
- B) L'analyse et la synthèse des résultats pris dans leur ensemble.

A) Résultats mis en évidence par les experts

a) Ecart entre Benzol et autres procédés

| | | LES AUBRAIS | ROME | BREME | Val. Moy. | Valeur moyenne globale tabacs emballés tabacs en feuilles |
|--------------------|--------------------|---------------|---------------|---------------|-----------|--|
| Beauesson - Benzol | tabacs emballés | ++ (0,39) | + (0,28) | 0 (-0,02) | 0,23 | 0,15 |
| | tabacs en feuilles | + (0,21) | 0 (0,11) | 0 (-0,11) | 0,07 | |
| Brabender - Benzol | tabacs emballés | ++ (0,37) | + (0,31) | 0 (-0,03) | 0,22 | 0,29 |
| | tabacs en feuilles | ++ (0,56) | ++ (0,48) | 0 (+0,03) | 0,36 | |
| Ghezzi - Benzol | tabacs emballés | ++ (-2,33) | ++ (0,55) | ++ (-1,27) | - 1,02 | - 1,13 |
| | tabacs en feuilles | ++ (-1,90) | ++ (-0,59) | ++ (-1,27) | - 1,25 | |

0 = non significatif
+ = significatif à 95 %
++ = significatif à 99 %

→ Dans chaque case on donne entre parenthèses les différences absolues en pourcentage d'humidité

Dans chaque case on trouve, outre la valeur de la différence observée entre moyennes correspondantes, une indication de la signification de cet écart.

Il convient d'observer que cet écart peut dans certains cas être faible tout en étant significatif, ce qui est l'indice d'une bonne qualité du dispositif expérimental.

b) Régressions linéaires

Nous donnons ci-dessous, pour chacun des procédés, la liaison de celui-ci avec le procédé de référence trouvé dans chaque phase par les trois laboratoires.

α) Liaison Beaudesson-Benzol

| | | | | Coefficient de corrélation |
|-----------------------|------|------------------|------|-------------------------------|
| Tabacs emballés | BD = | 0.112 + 1.022 BZ | (AU) | 0.9985 |
| | BD = | 0.319 + 0.996 BZ | (RO) | 0.9965 |
| | BD = | 0.885 + 0.932 BZ | (BM) | 0.9980 |
| Tabacs en Feuilles | BD = | 0.484 + 0.987 BZ | (AU) | 0.9990 |
| | BD = | 0.290 + 0.991 BZ | (RO) | 0.9972 |
| | BD = | 0.512 + 0.970 BZ | (BM) | 0.9990 |

β) Liaison Brabender-Benzol

| | | | | |
|-----------------------|------|------------------|------|--------|
| Tabacs emballés | BR = | 0.217 + 1.012 BZ | (AU) | 0.9988 |
| | BR = | 0.015 + 1.023 BZ | (RO) | 0.9963 |
| | BR = | 0.335 + 0.973 BZ | (BM) | 0.9990 |
| Tabacs en Feuilles | BR = | 0.710 + 0.992 BZ | (AU) | 0.9987 |
| | BR = | 0.555 + 0.997 BZ | (RO) | 0.9983 |
| | BR = | 0.112 + 0.996 BZ | (BM) | 0.9990 |

γ) Liaison Ghezzi-Benzol

| | | | | |
|-----------------------|------|-------------------|------|--------|
| Tabacs emballés | GZ = | 2.589 + 0.621 BZ | (AU) | 0.9588 |
| | GZ = | 0.813 + 0.980 BZ | (RO) | 0.9958 |
| | GZ = | 2.088 + 0.748 BZ | (BM) | 0.9790 |
| Tabacs en Feuilles | GZ = | -0.004 + 0.910 BZ | (AU) | 0.9932 |
| | GZ = | -0.134 + 0.978 BZ | (RO) | 0.9969 |
| | GZ = | 0.775 + 0.976 BZ | (BM) | 0.9950 |

Au vu de leurs propres résultats, dont l'essentiel est récapitulé dans les tableaux ci-dessus en a et b, les experts ont émis des appréciations sur l'appariement de chacune des méthodes avec la méthode standard, la distillation au benzol.

Ces appréciations sont souvent assorties de nuances parfaitement justifiées concernant telle ou telle partie de l'expérience :

En particulier, on se souvient qu'entre les deux phases "Balles et Feuilles"* les modes opératoires ont été précisés tant en ce qui concerne le procédé Benzol (vitesse de distillation) que le procédé Ghezzi (distance de la lampe).

Les perfectionnements apportés ont dans tous les cas eu un effet bénéfique sur l'appariement des procédés.

De même, lorsqu'on analyse une régression on peut porter son attention sur les trois valeurs suivantes :

- . le coefficient de corrélation qui chiffre la qualité globale de l'appariement,
- . le terme constant qui chiffre l'écart constant entre les procédés (en % d'humidité),
- . le coefficient angulaire qui chiffre le rapport selon lequel le procédé testé varie en fonction du procédé de référence. Ce coefficient est d'autant meilleur qu'il est voisin de 1.

Aux nuances près évoquées ci-dessus et liées à l'analyse de chaque cas d'espèce, les experts sont pratiquement parvenus aux conclusions suivantes :

En ce qui concerne l'appariement respectif des procédés au procédé de référence et d'après les résultats de mesure obtenus,

Les procédés Beaudesson et Brabender apparaissent comme équivalents et tous deux significativement meilleurs que le procédé Ghezzi.

B) Analyse des résultats pris dans leur ensemble

Cette analyse est conduite de la façon suivante :

- . On étudie d'une part, pour chaque phase, les effets principaux et interactions éventuelles des trois facteurs
laboratoire x échantillon x procédé
ce sur les valeurs moyennes des dix résultats de mesure.

* Dans les commentaires d'analyse de variance, on désigne, pour alléger le langage, les variantes "tabacs emballés" et "tabacs en feuilles" respectivement par "Balles" et "Feuilles".

. On étudie ensuite et indépendamment l'incidence de ces facteurs sur la reproductibilité interne de la mesure en prenant comme variable l'écart-type σ_{10} interne aux 10 mesures d'une même combinaison. *

Cette manière de procéder présente deux avantages : l'un d'ordre théorique, l'autre d'ordre pratique :

- 1) La prise en compte des 10 valeurs individuelles communes à une même combinaison introduit un "biais de variance" dans la mesure où l'échantillon n'a pas la même taille pour le benzol et pour les autres procédés,
- 2) La manipulation des observations moyennes est plus aisée que celle des valeurs individuelles.

a) Analyse de la variance à trois facteurs contrôlés

On désigne par A le facteur laboratoire A (3)
 B le facteur échantillon B (9)
 C le facteur procédé C (4)

Les tableaux d'analyse de variance sont donnés en annexes n^{os} 2 et 3. On y trouvera l'analyse dans le cas "balles" et dans le cas "feuilles", avec et sans le procédé Ghezzi. L'analyse est complétée par la décomposition du facteur "procédé".

On observe principalement que :

Pour la phase "balles", tous les effets principaux sont significatifs, l'effet prépondérant étant l'effet "échantillon". Ceci signifie qu'il y a globalement des différences entre échantillons (évident), entre laboratoires, entre procédés. Ces écarts peuvent être faibles, comme les moyennes peuvent le préciser. Ils restent significatifs. En outre, deux interactions sont significatives

A x C et B x C.

Il est intéressant de noter que si l'on fait l'analyse hors résultats Ghezzi, la signification de l'effet "échantillon" croît, alors que celle des deux autres facteurs décroît. L'interaction B x C est même, dans ce cas, à limite de signification.

Ces résultats sont utilement complétés par l'examen des moyennes par combinaisons de facteurs, que nous donnons également en annexes n^{os} 4 et 5.

Pour la phase "feuilles", on aboutit dans leur ensemble à des conclusions de même nature, avec toutefois les modifications suivantes qu'il est intéressant de relever.

* Nota : Si l'on voulait être rigoureux sur le plan théorique, on aurait dû plutôt prendre comme variable le logarithme des écarts-types, censés suivre une loi normale. Sur le plan pratique, cette simplification n'a pas d'incidence notable car les valeurs de la variable σ sont suffisamment éloignées de zéro, compte tenu de leur propre dispersion, pour être considérées comme normalement distribuées.

L'effet "laboratoire" devient au contraire significatif lorsqu'on passe des résultats avec Ghezzi aux résultats sans Ghezzi. L'interaction "A x B" devient aussi significative.

Cette "anomalie" s'explique très bien si l'on observe les moyennes (voir l'annexe n° 4).

Les trois laboratoires AU, RO, BM ont, tous procédés confondus, des moyennes voisines pour les mesures "feuilles". Mais pour le laboratoire AU, il y a compensation entre le "déficit" observé avec le procédé Ghezzi et l'excédent moyen de 0,3 % observé sur l'ensemble des échantillons : le laboratoire AU est le seul qui soit conditionné à plus de 70 % d'humidité relative. Lorsqu'on connaît l'hygroscopicité du tabac, il y a tout lieu de penser que les variétés très humides ont pu évoluer différemment, selon les laboratoires, au cours des indispensables manipulations (pesées) préalables à la dessiccation.

On trouvera, en Annexe B, une note développant certains aspects importants du caractère hygroscopique des tabacs.

Nous donnons également en annexes n°s 4 et 5 les moyennes des résultats selon les combinaisons de facteurs retenues.

b) Etablissement des régressions linéaires

Nous avons ensuite établi, par calcul de régression linéaire, les relations existant entre chacun des procédés étudiés et le procédé de référence.

Il y a lieu d'observer que ces régressions peuvent, pour chaque procédé, être établies de deux manières non absolument équivalentes.

- α) Soit on associe chaque moyenne de dix mesures avec la moyenne de 10 mesures "Benzol" du laboratoire correspondant,
- β) Soit on associe la moyenne des 3 laboratoires pour le procédé étudié à la moyenne correspondante "Benzol".

Dans le premier cas, on étudie point à point une régression d'ensemble qui, pour chaque droite, comporte 54 points (9 échantillons x 3 laboratoires x 2 phases).

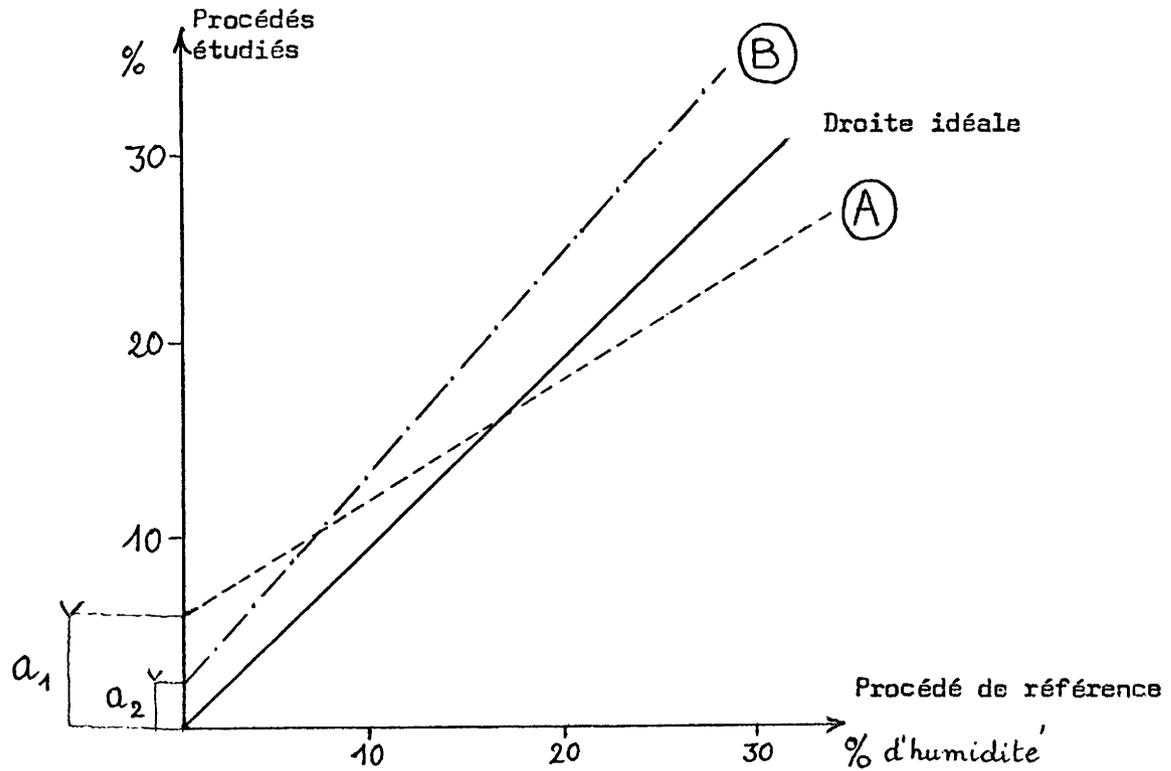
Dans le deuxième cas, on globalise le phénomène en éliminant la variante laboratoire, dont l'effet est pris en compte dans chacun des 18 points (9 échantillons x 2 phases).

Si, statistiquement, il paraît séduisant d'adopter la première solution par raison de symétrie, compte tenu de l'objectif proposé il semble plus rationnel d'étudier la liaison

procédé x - procédé de référence

en attribuant à chaque point une information indépendante des laboratoires, c'est-à-dire d'adopter la deuxième solution : les 3 facteurs ne jouent pas le même rôle. Les facteurs "échantillons x phases" correspondent a priori à des valeurs distinctes, non le facteur laboratoire.

INTERPRETATION DE LA REGRESSION LINEAIRE



Exemple :

L'ordonnée à l'origine a_1 de (A) est plus grande que a_2 celle de (B) et la pente de (A) est plus écartée de 1 que celle de (B).

On pourrait avoir l'impression que le procédé représenté par B est meilleur que le procédé représenté par A. Ce n'est pas nécessairement le cas.

Au contraire, entre 10 % et 30 % (B) est inférieur à (A) du point de vue de son ajustement au standard.

N. B. - Sur la figure, les écarts ont été très amplifiés pour rendre celle-ci mieux lisible.

Nous avons d'ailleurs calculé les régressions sous les deux formes et l'on verra que celles-ci ne sont pas substantiellement différentes.

L'ensemble des résultats est donné en annexes n^{os} 6 et 7, dont l'essentiel est reporté ci-dessous :

| | | ① | ② | ③ | ④ | |
|-------------------|----|--|---|-------------------------------------|---------------------------------|----------------|
| | | Equation de régression $Y = a + bX$ | Pourcent. de variance expl. par la régression (r^2) | Ecart-type résiduel en % d'humidité | Limites de confiance $p = 95\%$ | |
| | | | | | a | b |
| Beaudesson-Benzol | α) | BD = 0.458 + 0.981 BZ | 99.7 % | 0.293 | 0.198 0.719 | 0.967 0.996 |
| | β) | BD = 0.439 + 0.982 BZ | 99.9 % | 0.158 | 0.182 0.697 | 0.968 0.997 |
| Brabender-Benzol | α) | BR = 0.122 + 1.008 BZ | 99.7 % | 0.306 | -0.152 0.395 | 0.993 1.024 |
| | β) | BR = 0.105 + 1.009 BZ | 99.9 % | 0.163 | -0.160 0.370 | 0.995 1.024 |
| Ghezzi-Benzol | α) | GZ = 0.027 + 0.931 BZ | 95.3 % | 1.161 | -1.005 1.060 | 0.874 0.989 |
| | β) | GZ = -0.009 + 0.934 BZ | 98.9 % | 0.552 | -0.907 0.889 | 0.883 0.984 |

Le détail des calculs se trouve en annexe 6 pour les lignes α, en annexe 7 pour les lignes β.

De ce tableau, on peut tirer les commentaires suivants :

Observation préliminaire : Il faut prendre garde que les deux coefficients a et b de la régression doivent être examinés simultanément, le terme constant correspondant à l'écart pour un taux d'humidité nul, ce qui ne se présente pas en pratique. L'écart pratique qui résulte de la combinaison de l'écart à l'origine et de l'écart de pente doit évidemment être calculé au voisinage des taux d'humidité effectifs (Cf. III A, a) et schéma ci-contre).

Le passage de la régression de type α) à la régression de type β) améliore surtout l'appariement "Ghezzi" (Cf. colonnes 2 et 3). Ceci s'explique très bien par le fait que les mesures Ghezzi étaient assez dispersées "entre les laboratoires".

Les deux appariements Beaudesson-Benzol et Brabender-Benzol apparaissent comme équivalents en précision d'ajustement (voir colonnes 2 et 3). Les coefficients a et b de la régression sont cependant "meilleurs" pour Brabender, puisque le terme constant est plus voisin de zéro et le coefficient angulaire plus voisin de 1 : les valeurs obtenues pour a et b encadrent respectivement 0 et 1. Cette appréciation doit être complétée par l'examen des limites de confiance figurant en colonne 4, ainsi que par l'observation préliminaire faite ci-dessus.

COMMENTAIRES POUR L'UTILISATION DES RESULTATS

Lorsque l'analyse de la variance met en évidence un effet significatif pour l'un des facteurs principaux pris en compte, par exemple l'effet "procédé" ou l'effet "laboratoires", on peut compléter l'information ainsi obtenue en comparant entre elles les moyennes relatives à l'effet considéré.

On calcule pour cela ce qu'on appelle "l'écart maximal imputable au hasard" qui est déduit de l'écart-type résiduel et qui donne la différence minimale que l'on doit constater entre deux moyennes pour considérer celles-ci comme significativement distinctes (Loi de Student-Fisher).

Naturellement, il n'y a lieu de calculer cet écart que pour les effets apparaissant comme significatifs dans l'analyse de variance.

Exemples

a) Cas des tabacs emballés

Effet "procédé" très significatif $F = 42.0$

Écart maximal imputable au hasard $\Delta = 4.89$

Moyennes des écarts-types de reproductibilité par procédé :

BZ : 10.5 - BD : 13.6 - BR : 12.4 - GZ : 34.6

Les trois premiers diffèrent entre eux de moins de 4.89 : ils ne sont pas significativement distincts. Au contraire, le quatrième en diffère très significativement car sa différence avec chacun d'entre eux est supérieure à 4.89.

b) Cas des tabacs en feuilles

Effet "échantillons" significatif $F = 5.61$

Écart maximal imputable au hasard $\Delta = 13.06$

Tout couple d'échantillons dont les σ moyens de reproductibilité ont une différence supérieure à 13 doit être considéré comme différent sur le plan de son homogénéité.

Ainsi l'échantillon 1 est plus dispersé que les échantillons 2, 4, 5, 7, 8, 9 etc...

NB - Avant de porter un jugement définitif sur la qualité de préparation de l'échantillon, il convient de tenir compte de son humidité moyenne. Il est ainsi parfaitement normal que les échantillons les plus humides soient plus dispersés que les échantillons les plus secs.

Ainsi, le taux d'humidité moyen des tabacs emballés est de $\bar{h} = 13,2 \%$
celui des tabacs en feuilles de $\bar{h} = 21,1 \%$

auxquels correspondent des écarts-types généraux de respectivement 0.18%
et 0.29%

c'est-à-dire un même coefficient de variation $\frac{\sigma}{\bar{h}} = 1.4$ pour cent relatif.

TABLEAU 4

ECARTS-TYPES DE REPRODUCTIBILITE

(Tabacs emballés)

Analyse de variance

(Après réintégration des interactions non significatives)

| Origine de la variation | Somme des carrés | Degrés de liberté | Carré moyen | Rapport F | |
|-------------------------|------------------|-------------------|-------------|-----------|------|
| A : Laboratoires | 2 664.80 | 2 | 1 332.40 | 16.30 | + |
| B : Echantillons | 909.57 | 8 | 113.70 | 1.39 | n.s. |
| C : Procédés | 10 287.00 | 3 | 3 429.00 | 42.00 | ++ |
| Interaction A x C | 3 177.94 | 6 | 529.66 | 6.48 | + |
| Résiduelle : S^2_E | 7 190.42 | 88 | 81.71 | | |
| Totale | 24 229.73 | 107 | | | |

Ecart-type résiduel $S_E = 9.04$

Ecart maximal imputable au hasard entre moyennes prises deux à deux :

$$\Delta = t(88, 0.05) \times S_E \times \sqrt{\frac{2}{n}} \approx 18 \sqrt{\frac{2}{n}}$$

- entre laboratoires (n = 36) $\Delta = 18/\sqrt{18} = 4,24$
- entre procédés (n = 27) $\Delta = 18 \times \sqrt{2/27} = 4,89$
- entre combinaisons A x C (n = 9) $\Delta = 6\sqrt{2} = 8,48$

MOYENNES DES ECARTS-TYPES

(Valeurs en 1/100 de point)
par

| | Echantillons | Laboratoires | Procédés | Général |
|---|--------------|--------------|-----------|---------|
| 1 | 21.2 | AU : 18.6 | BZ : 10.5 | 17.76 |
| 2 | 19.2 | RO : 11.3 | BD : 13.6 | |
| 3 | 19.2 | BM : 23.4 | BR : 12.4 | |
| 4 | 16.3 | | GZ : 34.6 | |
| 5 | 17.8 | | | |
| 6 | 22.3 | | | |
| 7 | 17.0 | | | |
| 8 | 13.9 | | | |
| 9 | 13.1 | | | |

Interaction

- | | | | |
|--|--|---|---|
| BZ x $\begin{bmatrix} \text{AU : 9.1} \\ \text{RO : 10.2} \\ \text{BM : 12.1} \end{bmatrix}$ | BD x $\begin{bmatrix} \text{AU : 15.8} \\ \text{RO : 8.9} \\ \text{BM : 16.0} \end{bmatrix}$ | BR x $\begin{bmatrix} \text{AU : 11.7} \\ \text{RO : 10.2} \\ \text{BM : 15.4} \end{bmatrix}$ | GZ x $\begin{bmatrix} \text{AU : 37.8} \\ \text{RO : 15.9} \\ \text{BM : 50.0} \end{bmatrix}$ |
|--|--|---|---|

TABLEAU 5

ECARTS-TYPES DE REPRODUCTIBILITE

(Tabacs en feuilles)

Analyse de variance

(Après réintégration des interactions non significatives)

| Origine de la variation | Somme des carrés | Degrés de liberté | Carré moyen | Rapport F | |
|-----------------------------------|------------------|-------------------|-------------|-----------|------|
| A : Laboratoires | 710.30 | 2 | 355.15 | 1.38 | n.s. |
| B : Echantillons | 11 544.60 | 8 | 1 443.07 | 5.61 | + |
| C : Procédés | 1 790.69 | 3 | 596.90 | 2.32 | n.s. |
| Résiduelle : S_E^2 | 24 198.80 | 94 | 257.43 | | |
| Totale | 38 244.39 | 107 | | | |
| Ecart-type résiduel $S_E = 16.05$ | | | | | |

Ecart maximal imputable au hasard entre moyennes prises deux à deux :

$$\Delta = t(94, 0.05) \times S_E \times \sqrt{\frac{2}{n}} = 32 \sqrt{\frac{2}{n}} \quad \text{soit}$$

$$\text{entre échantillons } (n = 12) \quad \Delta = 32 \sqrt{\frac{2}{12}} = 13.06$$

MOYENNES DES ECARTS-TYPES

(Valeurs en 1/100 de point)

par

| | Echantillons | Laboratoires | Procédés | Général |
|---|--------------|--------------|-----------|---------|
| 1 | 46.3 | AU : 25.3 | BZ : 22.8 | 28.84 |
| 2 | 25.2 | RO : 31.3 | BD : 28.4 | |
| 3 | 43.5 | BM : 29.9 | BR : 30.0 | |
| 4 | 22.8 | | GZ : 34.2 | |
| 5 | 31.7 | | | |
| 6 | 33.6 | | | |
| 7 | 22.6 | | | |
| 8 | 12.6 | | | |
| 9 | 21.1 | | | |

Par ailleurs, la comparaison est dans une certaine mesure faussée, étant donné que les coefficients de correction qui permettent de passer de la lecture Brabender brute à la valeur corrigée ont été déterminés d'après les résultats de l'expérience elle-même. Toutefois, il y a lieu de mentionner qu'une série de mesures effectuées postérieurement à l'expérience et indépendamment de celle-ci a confirmé la validité du barème.

c) Etude des écarts-types de reproductibilité

L'analyse, telle qu'elle est définie en tête du paragraphe B, est donnée ci-contre en deux tableaux, assortis de compléments permettant le calcul aisé des différences entre moyennes prises deux à deux apparaissant comme significatives (tableaux 4 et 5).

L'analyse est complétée par des données relatives aux moyennes des variables par facteur contrôlé.

L'essentiel de ce qui apparaît est :

- l'existence de différences significatives entre échantillons : certains d'entre eux ont été livrés beaucoup mieux homogénéisés que d'autres.
Il y a évidemment lieu d'observer que toutes choses égales par ailleurs, l'hétérogénéité croît avec le niveau d'humidité. (Ce détail a son importance du point de vue pratique lorsqu'il s'agit d'échantillonner des lots à taux d'humidité élevé),
- la reproductibilité "Ghezzi" est sensiblement moins bonne que celle des autres procédés, principalement sur les tabacs secs (emballés),
- il y a, en matière de reproductibilité, une interaction marquée laboratoire x procédé, ce qui en soi s'explique assez bien : L'utilisation de l'étuve Ghezzi a été ainsi significativement meilleure à ROME que dans les deux autres laboratoires.

C) Conclusions d'ordre statistique

Sur le plan pratique, on peut dégager les conclusions suivantes qui se déduisent tant de l'examen synthétique des rapports individuels des experts que de l'analyse globale de l'ensemble des résultats.

- 1) D'une façon générale, l'expérience a été très soigneusement montée et exécutée, ce qui est mis en évidence par le degré de signification élevé
 - . soit des appariements établis entre procédés,
 - . soit des écarts observés, même très faibles, entre variantes de l'expérience factorielle.

2) L'appariement entre chacun des procédés et le procédé de référence est, sur le plan pratique, très satisfaisant avec les nuances suivantes :

- Aucun procédé pratique n'est exactement superposable au procédé de référence,
- La précision de l'appariement est similaire pour les procédés Beaudesson et Brabender, meilleure que pour le procédé Ghezzi,
- La qualité de l'appariement, chiffrée par la valeur des coefficients de régression, classe les procédés dans l'ordre décroissant suivant
(Brabender, Beaudesson), Ghezzi
avec les réserves formulées en B, b) concernant la signification de ces valeurs,
- La qualité de l'appariement chiffrée par la valeur moyenne des écarts entre procédés les classe dans l'ordre décroissant suivant
(Beaudesson, Brabender), Ghezzi.

3) La reproductibilité des mesures, chiffrée par l'écart-type intra 10 mesures

- apparaît de façon générale comme très satisfaisante et meilleure pour les tabacs "secs" (emballés) que pour les tabacs "humides" (en feuilles), soit 0,18 % contre 0,29 %, et met en évidence l'influence importante de l'échantillonnage sur la dispersion constatée ; si bien conduit soit-il, dans le cas des tabacs, il n'est jamais parfait.
- A ce titre, les procédés Beaudesson et Brabender apparaissent comme équivalents au procédé de référence et supérieurs au procédé Ghezzi lorsque les échantillons sont bien homogènes (phase 1).
- Les différences de reproductibilité sont masquées si l'échantillonnage est plus dispersé (phase 2).

On trouvera en Annexe D une note sur l'échantillonnage des tabacs.

IV - COMMENTAIRES GENERAUX

A) Sur l'expérience elle-même

Aucun incident majeur n'est venu perturber le déroulement de l'expérience collective qui soit de nature à faire l'objet d'annotations dans ce rapport de synthèse.

On peut mentionner, en revanche, que les conditions particulièrement favorables dans lesquelles les échantillons ont été très rapidement échangés entre les laboratoires, grâce à un transport circulaire parfaitement organisé, ont joué un rôle important dans la qualité des appariements obtenus.

Il est simplement intéressant de relever qu'en marge du programme fixé pour cette étude, les Experts ont pris l'initiative d'expériences complémentaires visant à préciser certains modes opératoires, notamment pour la distillation azéotropique au benzol, ou encore à mettre en évidence l'influence sur la mesure de certains facteurs secondaires (procédé Ghezzi).

De ce point de vue, il nous plaît de reconnaître que, s'il est ainsi apparu, jusqu'en cours d'expérience, que l'adoption d'un procédé de référence et de procédés pratiques nécessitait bien des précautions et l'adoption de modes opératoires parfaitement définis, l'occasion ainsi donnée par la Commission des Communautés Européennes en lançant cette étude s'est révélée, au-delà même de l'objectif recherché et qui a été atteint, fort utile sur le plan purement scientifique en faisant encore progresser la question toujours complexe de la détermination du taux d'humidité du tabac.

B) Sur les matériels et procédés pratiques correspondants

a) Observations concernant l'emploi des procédés

1 - Distillation au benzol

Les Experts ont admis qu'il s'agit là d'un excellent procédé de référence précis et reproductible, encore que le mode opératoire doive être absolument spécifié dans de nombreux détails concernant le matériel, la conduite de la mesure, les tours de main.

Ce procédé est à exclure pour toute série de mesures de routine ou devant être effectuées ailleurs qu'au laboratoire, à cause :

- . de la longueur des opérations,
- . de la nature du matériel à employer,
- . des dangers éventuellement liés à l'utilisation du benzol,
- . de la main-d'oeuvre qualifiée à employer.

2 - Etuve Beaudesson type EM 10

Parmi les avantages qui ont été mis en avant pour cet appareil par les experts, on relève :

- le principe de l'extraction d'eau par soufflage d'air sec à travers l'échantillon, ce qui permet un séchage rapide à 100°,
- la possibilité d'obtenir en 6 minutes une valeur de mesure sur n'importe quel échantillon,
- la simplicité et la permanence du tableau de correction,
- l'arrêt automatique du séchage (minuterie incorporée),
- la construction robuste.

Parmi les inconvénients, on relève :

- la difficulté de régler la puissance de chauffe facilement, notamment sur les tabacs très secs, lorsque la latitude donnée par les ouies du ventilateur est à son maximum (Il serait nécessaire que la commutation de tension alors utilisée, soit directement accessible sur la face avant de l'appareil),
- l'incommodité de montage et de démontage du thermomètre qui entraîne des risques de bris (cette opération se fait seulement à la première mise en service de l'appareil),
- le fait de ne donner qu'un seul taux à la fois (ceci est évidemment corrélatif de la rapidité de mesure),
- le peson livré avec l'appareil est trop peu amorti,
- le fait de ne pouvoir poser l'appareil sur une table.

3 - Etuve Brabender type HAV

Un expert n'a émis aucune appréciation particulière. Les deux autres ont formulé les observations suivantes :

Parmi les avantages

- sa construction robuste et très soignée,
- le fait de traiter dix échantillons à la fois permet une organisation rationnelle dans le cas d'un travail en série,
- la balance de lecture incorporée est bien lisible,
- on peut la placer sur une table.

Parmi les inconvénients

- le principe du séchage à température assez élevée (110 °C) peut favoriser la vaporisation et la décomposition de constituants autres que de l'eau,
- des corrections d'amplitude variable selon le taux d'humidité trouvé et selon la nature du tabac sont nécessaires, ce qui est partiellement au moins une conséquence de l'observation ci-dessus,
- la balance extérieure livrée avec l'appareil pour la préparation des doses est trop peu amortie (Un des experts a utilisé un autre matériel de pesée plus performant),
- la profondeur des coupelles est insuffisante,
- l'évacuation des vapeurs odorantes nécessite de placer l'appareil sous hotte, notamment pour de longues séries de mesures.

4 - Etuve Ghezzi

Parmi les avantages, les experts ont cité essentiellement :

- le faible poids, la maniabilité et la rusticité de l'appareil qui le rendent aisément transportable et installable.

Parmi les inconvénients

- le principe de la mesure qui ne permet pas de définir les conditions du séchage avec précision et fidélité (réglage par thermomètre),
- l'adoption d'un temps variable (10 mn ou 20 mn) selon le niveau d'humidité de l'échantillon, ce qui est source de dispersion au voisinage du seuil fixé à 20 %,
- les caractéristiques de l'organe de chauffe (lampe infrarouge) varient d'une série à une autre,
- la lecture au vol est difficile car la balance est peu amortie et sensible à la convection d'air chaud,
- la durée unitaire d'une mesure est relativement élevée.

Enfin, il faut noter que tous les experts ont constaté que les trois procédés pratiques qui viennent d'être mentionnés ci-dessus pouvaient être mis en oeuvre par un personnel non spécialement qualifié, mais simplement instruit et entraîné sur ces appareils.

./...

b) Observations concernant le coût des procédés

Dans tout ce paragraphe, les valeurs relatives des monnaies ont été établies à parité fixe, selon le barème suivant, déclaré auprès du Fonds Monétaire International :

1 DM = 13,66 FB
 1 FF = 9 FB
 1 Lit = 0,08 FB.

On trouvera en Annexe n° 8 tout le détail du calcul des coûts comparés des trois procédés, avec des commentaires sur le calcul. Ce coût a été évalué sous les deux hypothèses suivantes :

1ère Hypothèse

On réalise l'investissement maximal compatible avec l'emploi d'une seule personne pour les mesures.

Ceci conduit à avoir en fonctionnement simultané un nombre variable d'étuves, selon leur mode opératoire :

Brabender : 3 appareils,
 Beaudesson : 2 appareils
 Ghezzi : 3 appareils.

En ce cas, les coûts unitaires des analyses s'élèvent à :

| | FB | DM | FF | Lit |
|-----------------------|------|------|------|-----|
| Procédé Brabender ... | 5,7 | 0,42 | 0,63 | 71 |
| Procédé Beaudesson .. | 6,9 | 0,51 | 0,77 | 86 |
| Procédé Ghezzi | 13,5 | 0,99 | 1,50 | 169 |

2ème Hypothèse

On réalise l'investissement minimal et le personnel n'est pas entièrement "saturé" par l'exploitation des appareils. On compare alors les coûts respectifs de chacune des étuves, utilisée dans les conditions de l'expérience collective.

Les coûts unitaires des analyses sont alors de :

| | FB | DM | FF | Lit |
|--------------------------|-------------|-------------|-------------|-----------|
| Procédé Brabender | 13,7 - 15,9 | 1,00 - 1,16 | 1,52 - 1,77 | 171 - 199 |
| Procédé Beaudesson | 11,7 - 12,5 | 0,86 - 0,92 | 1,30 - 1,39 | 146 - 156 |
| Procédé Ghezzi | 26,6 - 47,3 | 1,95 - 3,46 | 2,96 - 5,26 | 332 - 591 |

/...

Les deux valeurs données dans chaque cas correspondent à une certaine fourchette d'estimation dépendant des nombres maximal et minimal de mesures que l'on peut effectuer par jour avec un appareil.

On peut être frappé de constater une différence très sensible de coût moyen de l'analyse entre la première hypothèse et la seconde.

Ceci est dû au fait, développé dans l'Annexe n° 8, qu'une seule étuve étant acquise, le personnel est moins bien utilisé et la part "salaire" vient grever fortement le coût.

Cette situation peut sembler irrationnelle, mais elle risque de correspondre à la réalité des faits, au moins dans certains cas, car on voit mal certains centres d'achats très disséminés consentir des investissements élevés pour une utilisation saisonnière.

Au demeurant, rien n'interdit de supposer dans ce cas que le poste de travail soit complété par diverses tâches annexes (comportant une partie de la préparation des échantillons, l'établissement de récapitulatifs, etc...) non prises en compte dans le calcul et cependant nécessaires par ailleurs, selon l'organisation.

Les conclusions de ce paragraphe sont les suivantes :

- 1) En matière de coût unitaire, l'étuve Ghezzi apparaît, dans les conditions de l'expérience, comme la plus onéreuse malgré son faible coût d'achat, à cause de sa faible productivité.
- 2) Dans le cadre d'une organisation rationalisée du type de celle qu'on rencontre dans un laboratoire équipé pour les mesures de routine, c'est-à-dire avec une installation unique à poste fixe (ou une installation mobile regroupée sur camion), l'emploi simultané de plusieurs appareils permettant des déterminations en série donne le coût unitaire le plus faible au procédé Brabender.
- 3) Dans le cadre d'une structure disséminée comportant un grand nombre de points d'achat qui ne doivent acquérir que l'équipement le plus réduit possible, le coût unitaire le plus faible s'obtient avec l'étuve Beaudésson.
- 4) Les conclusions qui précèdent doivent bien entendu être nuancées dans la mesure où le coût définitif dépend beaucoup des hypothèses de calcul, celles-ci étant fondées sur l'organisation du travail de mesure, laquelle elle-même est fortement liée aux conditions locales de l'achat des tabacs et de la collecte des échantillons.

V - CONCLUSIONS GENERALES

Au terme de cet exposé, nous pouvons dégager les conclusions suivantes :

- 1) Tous les experts ont reconnu que l'étuve Ghezzi n'était pas à recommander à cause de son degré de précision insuffisant. En outre, le coût unitaire des mesures s'avère élevé à cause de la cadence assez réduite des mesures. Tout au plus peut-on admettre qu'étant donné le caractère portatif et simple de l'appareil, il puisse être utilisé dans certains cas comme procédé de dépannage, sous réserve d'avoir été préalablement vérifié par une méthode de référence.

- 2) Les deux autres procédés Beaudesson et Brabender ont présenté des performances métrologiques très voisines et suffisamment proches du procédé de référence au Benzol pour être utilisés comme moyens de mesure pratique. Le dépouillement de l'ensemble des résultats donne un léger avantage au procédé Beaudesson, avantage qui est renforcé par la nécessité des corrections variables dans le cas de l'étuve Brabender. En matière de construction, les deux matériels sont robustes et d'utilisation aisée. Certains détails d'exécution demanderaient, dans l'un et l'autre cas, quelques améliorations de la part des constructeurs.

- 3) En matière de coût unitaire par analyse, encore que les différences ne soient pas très importantes et dépendent très sensiblement des hypothèses avancées en matière d'utilisation :
 - l'étuve Brabender apparaît la plus avantageuse dans le cas où trois appareils sont utilisés simultanément par une personne, c'est-à-dire dans le cadre de laboratoires organisés,
 - l'étuve Beaudesson est la plus avantageuse lorsque les appareils sont utilisés individuellement. Elle présente en outre l'avantage, relativement intéressant sur le plan pratique, de permettre si besoin est l'obtention d'une ou deux déterminations "informatives" en l'espace d'une dizaine de minutes.

Compte tenu des diverses observations faites au cours de l'étude, les experts sont arrivés à la conclusion que les qualités des étuves Beaudesson et Brabender sont très voisines.

Leur emploi est adapté aux applications pratiques posées dans le cadre de la réglementation communautaire concernant le marché des Tabacs, tant sur le plan de la validité des résultats qu'elles donnent, que sur la facilité d'exploitation qu'elles présentent sans exiger de personnel spécialement qualifié.

Selon l'organisation de la collecte des échantillons et les méthodes de travail retenues au niveau des Centres d'Achat, on pourra choisir indifféremment l'un ou l'autre des procédés, voire les utiliser simultanément.

Remerciements :

Les quatre Experts, auteurs du présent travail, tiennent à exprimer leur gratitude aux Services compétents de la Direction Générale de l'Agriculture de la Commission des Communautés Européennes, notamment ceux de la Division "Bilan, Etudes, Informations" de la Direction "Economie et Structures Agricoles", auprès desquels ils ont trouvé une attention bienveillante et un appui constant qui leur ont été précieux dans l'accomplissement de leur mission.

ANNEXES 1 à 8



ANNEXE 1

CORRECTIONS A APPORTER AUX VALEURS BRUTES BRABENDER DETERMINEES A PARTIR DE VALEURS MOYENNES D'HUMIDITE OBTENUES A BRÊME AU COURS DES DEUX SERIES DE MESURES DE L'EXPERIENCE COLLECTIVE RESPECTIVEMENT AVEC L'ETUVE BRABENDER ET AVEC LA METHODE AU BENZOL.

| Air-cured | | Flue-cured + Kentucky | |
|-----------------|------------------|-----------------------|------------------|
| Correc- tion | Plage d'humidité | Correc- tion | Plage d'humidité |
| - 0,5 | 7,4 - 10,3 | - 1,1 | 8,5 - 11,4 |
| - 0,4 | 10,4 - 13,4 | - 1,0 | 11,5 - 14,5 |
| - 0,3 | 13,5 - 16,4 | - 0,9 | 14,6 - 17,5 |
| - 0,2 | 16,5 - 19,4 | - 0,8 | 17,6 - 20,6 |
| - 0,1 | 19,5 - 22,4 | - 0,7 | 20,7 - 23,6 |
| ± 0 | 22,5 - 25,5 | - 0,6 | 23,7 - 26,6 |
| + 0,1 | 25,6 - 28,5 | - 0,5 | 26,7 - 29,6 |
| + 0,2 | 28,6 - 31,6 | - 0,4 | 29,7 - 32,7 |

CORRECTION DE TEMPERATURE A L'ETUVE BEAUDESSON

| | | | | |
|-----------|---|-------|------------|-----|
| de 88°5 | à | 90° | Ajouter | 0,7 |
| " 90 | à | 91,5 | " | 0,6 |
| " 91,5 | à | 93 | " | 0,5 |
| " 93 | à | 94,5 | " | 0,4 |
| " 94,5 | à | 96 | " | 0,3 |
| " 96 | à | 97,5 | " | 0,2 |
| " 97,5 | à | 99 | " | 0,1 |
| * ← " 101 | à | 102,5 | Retrancher | 0,1 |
| " 102,5 | à | 104 | " | 0,2 |
| " 104 | à | 105,5 | " | 0,3 |
| " 105,5 | à | 107 | " | 0,4 |
| " 107 | à | 108,5 | " | 0,5 |
| " 108,5 | à | 110 | " | 0,6 |
| " 110 | à | 115,5 | " | 0,7 |

* De 99° à 101° : pas de correction.

CONDITIONS DE MESURE A L'ETUVE GHEZZI

| | Temps de chauffage | Température en C° | Distance de la lampe en cm | Position du curseur pendant la | | |
|---|--|-------------------|----------------------------|--------------------------------|------------------------------|---|
| | | | | Préparation de l'échantillon | lecture des résultats | |
| | | | | | Dispositif barycentrique (1) | Dispositif à coupelles chauffées hors balance |
| Tabac séché avec son humidité naturelle | 10 mn | 75°/80° | 15-13 | 0 | D | S |
| Tabac séché très humide (au dessus de 20 %) et mouillé | 20 mn | 75°/80° | 15-13 | 0 | T | 0 |
| Tabac vert (non séché) | 50 mn | 95°/100° | 12-10 | 0 | T | 0 |
| Produits manufacturés divers | (comme indiqué sur le livret spécial d'instructions) | | | 0 | T | 0 |

(1) La lecture des résultats, lorsqu'on utilise le dispositif barycentrique, doit se faire à la fin du temps de chauffage avec la lampe encore allumée.

TABACS EMBALLES

ANNEXE 2

ANALYSE DE LA VARIANCE A 3 FACTEURS CONTRÔLES

BALLES
 AVEC GHEZZI

| SOURCE | S.S. | D.F. | MEAN SQUARE | F RATIO | |
|-----------|-------------|------|-------------|-------------|-----|
| A LABØ. | 7.22425E+00 | 2 | 3.61212E+00 | 2.90613E+01 | +++ |
| B ECHANT. | 9.77349E+02 | 8 | 1.22169E+02 | 9.82906E+02 | +++ |
| C PRØCED. | 2.77302E+01 | 3 | 9.24341E+00 | 7.43677E+01 | +++ |
| AB | 1.70737E+00 | 16 | 1.06711E-01 | 8.58539E-01 | 0 |
| AC | 2.97420E+01 | 6 | 4.95701E+00 | 3.98815E+01 | +++ |
| BC | 1.47722E+01 | 24 | 6.15509E-01 | 4.95206E+00 | +++ |
| REM | 5.96608E+00 | 48 | 1.24293E-01 | | |
| TØT | 1.06449E+03 | 107 | | | |

BALLES
 SANS GHEZZI

| SOURCE | S.S. | D.F. | MEAN SQUARE | F RATIO | |
|-----------|-------------|------|-------------|-------------|-----|
| A LABØ. | 5.50884E-01 | 2 | 2.75442E-01 | 1.10154E+01 | +++ |
| B ECHANT. | 8.17893E+02 | 8 | 1.02237E+02 | 4.08862E+03 | +++ |
| C PRØCED. | 7.71054E-01 | 2 | 3.85527E-01 | 1.54179E+01 | +++ |
| AB | 3.27005E-01 | 16 | 2.04378E-02 | 8.17343E-01 | 0 |
| AC | 5.16679E-01 | 4 | 1.29170E-01 | 5.16572E+00 | ++ |
| BC | 8.31235E-01 | 16 | 5.19522E-02 | 2.07766E+00 | + |
| REM | 8.00165E-01 | 32 | 2.50052E-02 | | |
| TØT | 8.21690E+02 | 80 | | | |

SIGNES CARACTERISANT LE RAPPORT F : 0 + ++ +++
 DEGRE DE SIGNIFICATION : NUL 95% 99% 99.9%

DECOMPOSITION COMPLEMENTAIRE

(Tabacs emballés)

Cette décomposition précise l'effet "C", c'est-à-dire celui des "procédés".

| Comparaison | Somme des carrés | ddl | Carré moyen | Rapport F | Signification |
|----------------------|------------------|-----|-------------|-----------|---------------|
| Benzol-Beaudesson | 0,629 | 1 | 0,629 | 5,25 | + |
| Benzol-Brabender | 0,522 | 1 | 0,522 | 4,35 | + |
| Benzol-Ghezzi | 13,944 | 1 | 13,944 | 116,36 | +++ |
| Beaudesson-Brabender | 0,005 | 1 | 0,005 | 0,004 | 0 |
| Beaudesson-Ghezzi | 20,493 | 1 | 20,493 | 171,05 | +++ |
| Brabender-Ghezzi | 19,764 | 1 | 19,764 | 164,97 | +++ |

On prend comme variance résiduelle (dénominateur du rapport F) la somme des carrés résiduelle augmentée de la somme des carrés de l'interaction non significative AB, divisée par le nombre total de degrés de liberté

$$S_E^2 = (5,966 + 1,707) / (48 + 16) = 0,1198 \text{ à } 64 \text{ ddl.}$$

Les significations correspondent à

0 : non significatif + : 95 % ++ : 99 % +++ : 99,9 %

les valeurs correspondantes de F à (1,60) ddl

sont 4,00 7,08 11,97

Conclusions

Pour les mesures sur tabacs emballés, les trois procédés apparaissent comme donnant des résultats différents du procédé de référence, la méthode au benzol.

Mais pour les deux premiers procédés, la différence est faible quoique significative. Pour la méthode Ghezzi, la différence est élevée et très significative. Par ailleurs, les deux procédés Beaudesson et Brabender sont bien appariés entre eux, comme on le voit ci-dessus et différent du procédé Ghezzi.

Nota - Cette décomposition complémentaire, qui correspond à des comparaisons par paires, aurait pu être remplacée par la comparaison des moyennes deux à deux dans le traitement "procédé" :

On aurait abouti exactement aux mêmes conclusions par la voie des mêmes calculs, étant donné que le carré moyen ainsi calculé vaut

$$t^2 = \frac{(\bar{x} - \bar{y})^2 \times n}{2 S_E^2} \text{ et que } t \text{ racine carrée de l'expression}$$

précédente et variable de Student est telle que $t(\gamma) = \sqrt{F(1, \gamma)}$.

TABACS EN FEUILLES

ANNEXE 3

ANALYSE DE LA VARIANCE A 3 FACTEURS CØNTRØLES

FEUILLES
 AVEC GHEZZI

| SØURCE | S.S. | D.F. | MEAN SQUARE | F RATIO | |
|-----------|-------------|------|-------------|-------------|-----|
| A LABØ. | 1.32617E-01 | 2 | 6.63084E-02 | 8.37599E-01 | 0 |
| B ECHANT. | 1.98706E+03 | 8 | 2.48382E+02 | 3.13753E+03 | +++ |
| C PRØCED. | 4.08674E+01 | 3 | 1.36225E+01 | 1.72077E+02 | +++ |
| AB | 2.41840E+00 | 16 | 1.51150E-01 | 1.90931E+00 | + |
| AC | 7.11321E+00 | 6 | 1.18553E+00 | 1.49755E+01 | +++ |
| BC | 2.32231E+00 | 24 | 9.67627E-02 | 1.22229E+00 | 0 |
| REM | 3.79991E+00 | 48 | 7.91648E-02 | | |
| TØT | 2.04371E+03 | 107 | | | |

FEUILLES
 SANS GHEZZI

| SØURCE | S.S. | D.F. | MEAN SQUARE | F RATIO | |
|-----------|-------------|------|-------------|-------------|-----|
| A LABØ. | 1.45368E+00 | 2 | 7.26838E-01 | 2.67412E+01 | +++ |
| B ECHANT. | 1.51941E+03 | 8 | 1.89926E+02 | 6.98760E+03 | +++ |
| C PRØCED. | 1.68676E+00 | 2 | 8.43379E-01 | 3.10289E+01 | +++ |
| AB | 1.46046E+00 | 16 | 9.12785E-02 | 3.35825E+00 | ++ |
| AC | 6.36094E-01 | 4 | 1.59023E-01 | 5.85067E+00 | ++ |
| BC | 7.59442E-01 | 16 | 4.74651E-02 | 1.74630E+00 | 0 |
| REM | 8.69773E-01 | 32 | 2.71804E-02 | | |
| TØT | 1.52627E+03 | 80 | | | |

SIGNES CARACTERISANT LE RAPPØRT F : 0 + ++ +++
 DEGRE DE SIGNIFICATIØN : NUL 95% 99% 99.9%

DECOMPOSITION COMPLEMENTAIRE

(Tabacs en feuilles)

Cette décomposition précise l'effet "C", c'est-à-dire celui des "procédés".

| Comparaison | Somme des carrés | ddl | Carré moyen | Rapport F | Signification |
|----------------------|------------------|-----|-------------|-----------|---------------|
| Benzol-Beaudesson | 0.065 | 1 | 0.065 | 0.76 | 0 |
| Benzol-Brabender | 1.513 | 1 | 1.513 | 17.80 | +++ |
| Benzol-Ghezzi | 21.307 | 1 | 21.307 | 250.67 | +++ |
| Beaudesson-Brabender | 0.952 | 1 | 0.952 | 11.20 | +++ |
| Beaudesson-Ghezzi | 23.718 | 1 | 23.718 | 279.04 | +++ |
| Brabender-Ghezzi | 34.176 | 1 | 34.176 | 402.07 | +++ |

Pour le calcul de F, la variance résiduelle S_E^2 est prise égale à
(3.80 + 2.32) / (48 + 24)

après réintégration de l'interaction non significative

$$S_E^2 = 0.085 \quad \text{à} \quad 72 \text{ ddl}$$

Conclusions

Pour les mesures sur tabacs en feuilles, seul le procédé Beaudesson apparaît comme non distinct du procédé Benzol.

Le procédé Brabender en est significativement différent, mais d'une valeur faible.

Le procédé Ghezzi donne des résultats très significativement différents des trois autres avec un écart sensible.

La remarque faite en "nota" pour la décomposition de la page précédente reste valable ici.

MOYENNES PAR FACTEURS PRINCIPAUX ET PAR COMBINAISON
LABORATOIRE x PROCÉDE

ANNEXE 4

| | Tabacs emballés | | Tabacs en Feuilles | |
|---|-----------------------|---------------------------|-----------------------|---------------------------|
| | Ghezzi pris en compte | Ghezzi non pris en compte | Ghezzi pris en compte | Ghezzi non pris en compte |
| MOYENNES GENERALES (Tous laboratoires, échantillons, procédés réunis) | | | | |
| | 12.94 | 13.22 | 20.78 | 21.13 |
| MOYENNES PAR LABORATOIRE (Tous échantillons et procédés réunis) | | | | |
| AU : AUBRAIS | 12.59 | 13.23 | 20.78 | 21.32 |
| RO : ROME | 13.21 | 13.12 | 20.83 | 21.02 |
| BM : BREME | 13.01 | 13.32 | 20.74 | 21.05 |
| MOYENNES PAR ECHANTILLONS (Tous procédés et laboratoires réunis) | | | | |
| BAD. BURL. | 13.91 | 14.18 | 25.66 | 26.03 |
| BURLEY IT. | 11.06 | 11.37 | 17.82 | 18.16 |
| PARAGUAY | 19.94 | 20.79 | 25.69 | 26.14 |
| BAD. GEUD. | 9.84 | 9.98 | 22.02 | 22.25 |
| BENEVENTANO | 14.88 | 15.14 | 24.52 | 24.92 |
| KENTUCKY | 14.00 | 14.17 | 24.04 | 24.48 |
| VIRGIN SCR | 10.67 | 10.78 | 15.31 | 15.62 |
| BRIGHT | 11.81 | 12.00 | 14.12 | 14.42 |
| PERUSTITZA | 10.31 | 10.62 | 17.88 | 18.17 |
| MOYENNES PAR PROCÉDES (Tous échantillons et laboratoires réunis) | | | | |
| BZ : BENZOL | 13.09 | 13.09 | 21.00 | 21.00 |
| BD : BEAUDES. | 13.30 | 13.30 | 21.07 | 21.07 |
| BR : BRAB. | 13.28 | 13.28 | 21.33 | 21.33 |
| GZ : GHEZZI | 12.07 | - | 19.74 | - |
| MOYENNES PAR COMBINAISONS LABORATOIRE x PROCÉDE (Tous échantillons réunis) | | | | |
| | Tabacs emballés | | Tabacs en feuilles | |
| AU x BZ | 12.99 | | 21.08 | |
| RO x BZ | 12.93 | | 20.83 | |
| BM x BZ | 13.34 | | 21.08 | |
| AU x BD | 13.38 | | 21.29 | |
| RO x BD | 13.21 | | 20.95 | |
| BM x BD | 13.32 | | 20.97 | |
| AU x BR | 13.33 | | 21.60 | |
| RO x BR | 13.21 | | 21.29 | |
| BM x BR | 13.31 | | 21.11 | |
| AU x GZ | 10.66 | | 19.18 | |
| RO x GZ | 13.48 | | 20.24 | |
| BM x GZ | 12.07 | | 19.81 | |

COMMENTAIRES SUR LE TABLEAU DES MOYENNES

Ce tableau permet de connaître, soit pour les tabacs emballés, soit pour les tabacs en feuilles, toute moyenne correspondant à l'un des trois facteurs sous contrôle, c'est-à-dire laboratoire, échantillon, procédé.

Il donne en outre, ce qui permet de préciser mieux l'origine de certains écarts, les moyennes pour la combinaison laboratoire x procédé dont l'interaction est particulièrement significative.

Il a paru utile de présenter les résultats sous deux variantes, c'est-à-dire, chaque fois que le facteur "procédé" est inclus dans le calcul de la moyenne, de prendre en compte ou bien d'exclure les résultats provenant de la mesure à l'étuve Ghezzi : les écarts systématiques importants (Cf. trois dernières lignes du tableau) observés avec ce procédé justifiant cette position.

On observe ainsi un excellent accord entre les trois laboratoires distants au maximum de 0.2 % (Colonne 2) - (Tabacs emballés).

Cet accord semble subsister pour les tabacs en feuilles colonne 3.

En fait, la concordance des résultats dans cette colonne est le fait de certaines compensations. Il est préférable de regarder la colonne 4 car les écarts entre valeurs "Ghezzi" restent importants (combinaisons AU x GZ, RO x GZ, BM x GZ).

On constate alors que les valeurs "AU" sont systématiquement plus élevées de 0.3 % par rapport aux deux autres. Cela est très certainement dû au fait que l'on a travaillé sur tabacs assez humides et que seul le laboratoire "AU" était conditionné à haut degré hygrométrique ($\approx 70\%$) (Les observations données en annexe B prennent ici toute leur importance).

Cette remarque est corroborée par le fait que les mesures AU x BZ ne présentent pas cet écart : les mesures au benzol sont les seules qui ont été effectuées dans une salle non conditionnée. On peut observer également que l'excellent accord BM et RO résulte d'une compensation d'écarts, d'ailleurs assez minimes, entre BZ et BR. Mais ceci est tout à fait normal.

Enfin ce tableau permet de connaître avec le maximum de fiabilité le taux d'humidité moyen des échantillons de tabacs emballés ou en feuilles qui ont servi de base à l'expérience.

Le lecteur trouvera en outre en Annexe 5, tous les autres résultats par combinaisons de facteurs, c'est-à-dire laboratoire x échantillon et échantillon x procédé, lui permettant s'il le désire de pousser l'analyse des résultats moyens pour tel ou tel cas particulier.

MOYENNES DES TAUX D'HUMIDITE PAR ECHANTILLON
SELON LES COMBINAISONS DE FACTEURS

ANNEXE 5

| | Tabacs emballés | | Tabacs en feuilles | | | Tabacs emballés | Tabacs en feuilles |
|----------|---|---------------------------|-----------------------|---------------------------|----------|--|--------------------|
| | Ghezzi pris en compte | Ghezzi non pris en compte | Ghezzi pris en compte | Ghezzi non pris en compte | | MOYENNES PAR COMBINAISONS ECHANTILLONS x PROCÉDES (Tous laboratoires réunis) | |
| | MOYENNES PAR COMBINAISONS LABORATOIRE x ECHANTILLONS (Tous procédés réunis) | | | | | | |
| AU-BAD.B | 13.53 | 14.22 | 25.25 | 25.87 | BAD.B-BZ | 14.07 | 25.88 |
| R0-BAD.B | 14.24 | 14.02 | 25.85 | 26.10 | BUR.I-BZ | 11.27 | 18.04 |
| BM-BAD.B | 13.97 | 14.29 | 25.87 | 26.12 | PARAG-BZ | 20.58 | 26.15 |
| AU-BUR.I | 10.78 | 11.40 | 17.77 | 18.23 | BAD.G-BZ | 9.72 | 22.01 |
| R0-BUR.I | 11.31 | 11.25 | 17.91 | 18.08 | BENEV-BZ | 15.11 | 24.72 |
| BM-BUR.I | 11.08 | 11.45 | 17.77 | 18.17 | KENTU-BZ | 14.11 | 24.47 |
| AU-PARAG | 19.25 | 20.81 | 25.50 | 26.43 | V.SCR-BZ | 10.66 | 15.48 |
| R0-PARAG | 20.60 | 20.68 | 25.91 | 25.97 | BEIGH-BZ | 11.87 | 14.29 |
| BM-PARAG | 19.98 | 20.87 | 25.65 | 26.01 | PERUS-BZ | 10.40 | 17.94 |
| AU-BAD.G | 9.60 | 10.00 | 22.17 | 22.62 | BAD.B-BD | 14.09 | 25.95 |
| R0-BAD.G | 9.93 | 9.76 | 22.04 | 22.16 | BUR.I-BD | 11.37 | 18.13 |
| BM-BAD.G | 9.99 | 10.19 | 21.86 | 21.95 | PARAG-BD | 20.86 | 25.99 |
| AU-BENEV | 14.53 | 15.15 | 24.66 | 25.17 | BAD.G-BD | 10.27 | 22.26 |
| R0-BENEV | 15.15 | 14.99 | 24.56 | 24.79 | BENEV-BD | 15.04 | 24.72 |
| BM-BENEV | 14.98 | 15.30 | 24.35 | 24.80 | KENTU-BD | 14.31 | 24.39 |
| AU-KENTU | 13.68 | 14.18 | 24.11 | 24.60 | V.SCR-BD | 10.86 | 15.42 |
| R0-KENTU | 14.24 | 14.05 | 23.92 | 24.34 | BRIGH-BD | 12.23 | 14.51 |
| BM-KENTU | 14.09 | 14.28 | 24.11 | 24.51 | PERUS-BD | 10.69 | 18.22 |
| AU-V.SCR | 10.48 | 10.82 | 15.59 | 16.07 | BAD.B-BR | 14.37 | 26.27 |
| R0-V.SCR | 10.78 | 10.65 | 15.32 | 15.47 | BUR.I-BR | 11.46 | 18.31 |
| BM-V.SCR | 10.74 | 10.86 | 15.03 | 15.33 | PARAG-BR | 20.91 | 26.27 |
| AU-BRIGH | 11.43 | 11.92 | 14.09 | 14.52 | BAD.G-BR | 9.96 | 22.47 |
| R0-BRIGH | 12.02 | 11.98 | 14.07 | 14.23 | BENEV-BR | 15.27 | 25.32 |
| BM-BRIGH | 11.98 | 12.09 | 14.18 | 14.52 | KENTU-BR | 14.09 | 24.58 |
| AU-PERUS | 10.03 | 10.58 | 17.92 | 18.37 | V.SCR-BR | 10.82 | 15.96 |
| R0-PERUS | 10.63 | 10.70 | 17.87 | 18.06 | BRIGH-BR | 11.89 | 14.47 |
| BM-PERUS | 10.27 | 10.58 | 17.84 | 18.07 | PERUS-BR | 10.79 | 18.34 |
| | | | | | BAD.B-GZ | 13.11 | 24.53 |
| | | | | | BUR.I-GZ | 10.13 | 16.78 |
| | | | | | PARAG-GZ | 17.42 | 24.34 |
| | | | | | BAD.G-GZ | 9.40 | 21.36 |
| | | | | | BENEV-GZ | 14.10 | 23.34 |
| | | | | | KENTU-GZ | 13.51 | 22.73 |
| | | | | | V.SCR-GZ | 10.34 | 14.38 |
| | | | | | BRIGH-GZ | 11.25 | 13.19 |
| | | | | | PERUS-GZ | 9.36 | 17.01 |

REGRESSIONS LINEAIRES DE Y(PROCEDE) EN X(BENZOL)

 (SUR LES 9*3*2=54 POINTS MOYENS INDIVIDUELS OBTENUS)

ANNEXE 6

→ **BEAUD**

PARAMETRES (VALEUR PROBABLE, ECART-TYPE, LIMITES DE CONFIANCE A 95 PCT)

| | | | |
|---------|-------------|---------|---------|
| .458397 | .129895 | .197742 | .719052 |
| .981469 | 7.25371E-03 | .966913 | .996024 |

EQUATION DE REGRESSION

$$Y = 17.1843 + .981469 * (X_1 - 17.0417)$$

PCT DE VARIANCE EXPLIQUEE PAR LA REGRESSION... 99.7168

ECART-TYPE RESIDUEL... .293188

→ **BRAB**

PARAMETRES (VALEUR PROBABLE, ECART-TYPE, LIMITES DE CONFIANCE A 95 PCT)

| | | | |
|---------|-------------|----------|---------|
| .121625 | .136269 | -.151822 | .395072 |
| 1.00846 | 7.60970E-03 | .993186 | 1.02373 |

EQUATION DE REGRESSION

$$Y = 17.3074 + 1.00846 * (X_1 - 17.0417)$$

PCT DE VARIANCE EXPLIQUEE PAR LA REGRESSION... 99.7048

ECART-TYPE RESIDUEL... .307577

→ **GHEZ**

PARAMETRES (VALEUR PROBABLE, ECART-TYPE, LIMITES DE CONFIANCE A 95 PCT)

| | | | |
|-------------|---------|---------|---------|
| 2.74787E-02 | .514423 | -1.0048 | 1.05976 |
| .93171 | .028727 | .874064 | .989355 |

EQUATION DE REGRESSION

$$Y = 15.9054 + .93171 * (X_1 - 17.0417)$$

PCT DE VARIANCE EXPLIQUEE PAR LA REGRESSION... 95.2895

ECART-TYPE RESIDUEL... 1.16112

REGRESSIONS LINEAIRES DE Y(PROCEDE) EN X(BENZOL)

(SUR LES 9*2=18 POINTS MOYENS, MOYENNES DES 3 LABORATOIRES)

ANNEXE 7

→ **BEAUD**

PARAMETRES (VALEUR PROBABLE, ECART-TYPE, LIMITES DE CŒNFiance A 95 PCT)

| | | | |
|---------|-------------|---------|---------|
| .439557 | .121447 | .182108 | .697005 |
| .982479 | 6.78191E-03 | .968102 | .996855 |

EQUATION DE REGRESSION

$$Y = 17.1839 + .982479 * (X_1 - 17.0429)$$

PCT DE VARIANCE EXPLIQUEE PAR LA REGRESSION... 99.9238

ECART-TYPE RESIDUEL... .158158

→ **BRAB**

PARAMETRES (VALEUR PROBABLE, ECART-TYPE, LIMITES DE CŒNFiance A 95 PCT)

| | | | |
|---------|-------------|----------|---------|
| .105341 | .125253 | -.160177 | .370859 |
| 1.00939 | 6.99448E-03 | .994564 | 1.02422 |

EQUATION DE REGRESSION

$$Y = 17.3083 + 1.00939 * (X_1 - 17.0429)$$

PCT DE VARIANCE EXPLIQUEE PAR LA REGRESSION... 99.9232

ECART-TYPE RESIDUEL... .163115

→ **GHEZ**

PARAMETRES (VALEUR PROBABLE, ECART-TYPE, LIMITES DE CŒNFiance A 95 PCT)

| | | | |
|--------------|-------------|----------|---------|
| -9.17673E-03 | .423723 | -.907407 | .889053 |
| .933746 | 2.36619E-02 | .883587 | .983906 |

EQUATION DE REGRESSION

$$Y = 15.9046 + .933746 * (X_1 - 17.0429)$$

PCT DE VARIANCE EXPLIQUEE PAR LA REGRESSION... 98.983

ECART-TYPE RESIDUEL... .551808

| |
|--|
| CALCUL DU COUT UNITAIRE DES ANALYSES DANS DIFFERENTES HYPOTHESES DE TRAVAIL |
|--|

ANNEXE 8

Le présent développement se propose d'évaluer, pour chacun des trois procédés pratiques testés dans l'expérience collective, le coût unitaire de l'analyse.

x x

x

Bien entendu, le résultat de l'évaluation dépend des hypothèses de travail retenues pour chiffrer les coûts en matériel et en personnel.

On verra ci-après deux variantes bien distinctes de cette évaluation.

Il convient enfin de préciser, compte tenu du but fixé, qui est de comparer les procédés de mesure entre eux, que le calcul ne prend pas en compte le coût des échantillons eux-mêmes, le temps de leur extraction et de leur préparation, etc..., paramètres essentiellement variables selon les circonstances, mais indépendants du procédé de mesure adopté.

I - 1^{ère} Hypothèse de calcul

Cette hypothèse a été suggérée par l'un des experts qui a effectué une analyse complète et détaillée du coût unitaire de la mesure pour chacun des procédés.

L'hypothèse est qu'il faut donner au personnel un coefficient d'activité maximale, ce qui conduit à doter l'opérateur d'un nombre d'appareils variable selon leur mode de fonctionnement. L'évaluation des temps élémentaires nécessaires aux différentes opérations a été discutée entre les experts, lesquels se sont mis d'accord sur les bases de calcul suivantes :

1°) Conditions de travail : Une personne peut exploiter

| | Variantes | produisant | c'est-à-dire pour 7.5 h/jour de travail effectif |
|----|------------------------|------------|---|
| | α) 3 étuves Brabender | 28 mes/h | 210 mes/jour |
| ou | β) 2 étuves Beaudesson | 20 mes/h | 150 mes/jour |
| ou | γ) 3 étuves Ghezzi | 9 mes/h | 68 mes/jour |

2°) Constituants du coût

a) Investissements

| | | | | | | |
|---------------------------------------|---|----------------------------------|---|---|---|-------------|
| α) 3 étuves Brabender (3 x 3 025) | + | 1 balance Mettler P 100 (795) | + | 2 jeux de coupelles supplémentaires (2 x 35) | = | 9 940 DM |
| β) 2 étuves Beaudesson (2 x 4 000) | + | 1 peson (550) | + | 2 coupelles supplémentaires (2 x 20) | = | 8 590 FF |
| γ) 3 étuves Ghezzi (3 x 150 000) | | | | | = | 450 000 Lit |

Les investissements sont amortis sur 5 ans. On majore leur coût de 10 % forfaitairement pour frais d'entretien.

b) Temps de service effectif

Il est estimé, compte tenu de la nature saisonnière du travail,
à :

5 années à 4 mois comportant au total 87 jours de travail par an
à 7.5 h/jour, soit environ 650 h/an et 3 250 h/5 ans.

c) Salaires

Le salaire horaire (charges sociales incluses) a été estimé à
8 DM.

d) Consommations de courant

Les consommations horaires des trois appareils étant respective-
ment de

Brabender : 1 kWh, Beaudesson : 1 kWh, Ghezzi : 0,25 kWh,
celles qui correspondent aux trois solutions sont respectivement :

α : 3 kWh β : 2 kWh γ : 0,75 kWh

Le coût du courant est estimé à 0,12 DM/kWh.

3°) Calcul du coût unitaire

Le bilan s'établit alors comme suit, tous les calculs s'effec-
tuant, pour des raisons d'homogénéité, en Francs Belges, selon le barème
suivant, déclaré auprès du Fond Monétaire International :

1 DM = 13.66 FB 1 FF = 9 FB 1 Lit = 0.08 FB

| Solution | Coût de l'investissement I | Coût horaire I/3250 | Entretien 10 % | Courant par h | Salaires et charges | Total | Nombre d'Analyses à l'heure | Coût unitaire de l'analyse |
|-----------------|----------------------------|---------------------|----------------|---------------|---------------------|-------|-----------------------------|----------------------------|
| α) 3 Brabender | 135 780 | 42 | 4 | 5 | 109 | 160 | 28 | 5,7 FB |
| β) 2 Beaudesson | 77 310 | 24 | 2 | 3 | 109 | 138 | 20 | 6,9 FB |
| γ) 3 Ghezzi | 36 000 | 11 | 1 | 1 | 109 | 122 | 9 | 13,5 FB |

II - 2^{ème} Hypothèse de calcul

Cette deuxième hypothèse a été suggérée par deux des experts.

Elle consiste à admettre que chaque centre d'achat est doté d'un seul appareil (investissement minimal) quel que soit son type et à évaluer, à partir des observations effectuées au cours de l'expérience collective, une fourchette pour le nombre journalier de déterminations que l'on peut effectuer avec chacun des appareils.

1°) Conditions de travail

Sur la base de 7.5 h de travail effectif par jour

| | | Minimum | Maximum | |
|--|------------|--------------------|---------------------|------------------------|
| Nombre journalier de déterminations avec un appareil | Brabender | 60 (six cycles) | 70 (sept cycles) | à 10 mesures par cycle |
| | Beaudesson | 75 | 80 | |
| | Ghezzi | 18 | 32 | |

NB : La fourchette est très large dans le cas de l'appareil Ghezzi car le temps de mesure est, selon le niveau d'humidité de l'échantillon, de 10 mn ou de 20 mn (Cf. Annexe 1 ter). Les extrêmes correspondent à ces deux cas.

2°) Constituants du coût

a) Investissements

1 Brabender complète* 3 610 DM = 49 313 FB
 1 Beaudesson complète* 4 550 FF = 40 950 FB
 1 Ghezzi complète 150 000 Lit = 12 000 FB.

* Avec sa balance d'origine et un jeu de coupelles.

b) Autres constituants

Dans un souci d'uniformité et afin de rendre les évaluations comparables, on a adopté les mêmes bases que pour le calcul de l'hypothèse I, à savoir :

- amortissement sur 5 ans en 87 jours de 7.5 h /jour
- majoration de 10 % pour entretien
- mêmes charges salariales horaires
- mêmes bases de consommation de courant par appareil.

3°) Etablissement du coût

Sous les hypothèses précédentes, le coût s'établit comme suit en Francs Belges :

| Solution | Coût de l'investissement I | Coût journalier I/(5 x 87) | Entretien 10 % | Courant par jour | Salaires + Charges par jour | Total | Nombre d'analyses par jour | Coût unitaire de l'analyse MIN - MAX |
|--------------|----------------------------|----------------------------|----------------|------------------|-----------------------------|-------|----------------------------|--------------------------------------|
| 1 Brabender | 49 313 | 113 | 11 | 12 | 820 | 956 | 70 60 | 13,7 - 15,9 FB |
| 1 Beaudesson | 40 950 | 94 | 9 | 12 | 820 | 935 | 80 75 | 11,7 - 12,5 FB |
| 1 Ghezzi | 12 000 | 26 | 3 | 3 | 820 | 852 | 32 18 | 26,6 - 47,3 FB |

III - Commentaires

Les deux développements qui précèdent sous I et II appellent quelques commentaires de notre part.

La première observation est que l'évaluation du coût unitaire dépend fortement des hypothèses de calcul retenues et que l'adoption de telle ou telle d'entre elles peut modifier sensiblement le résultat.

On constate ainsi que sous les hypothèses I) (investissements élevés), les coûts unitaires sont plus faibles que sous les hypothèses II) (achat d'un seul appareil) et que le classement des deux procédés Brabender et Beaudesson s'intervertit.

Venons-en aux commentaires particuliers :

Les résultats des deux calculs dépendent bien évidemment de l'évaluation des coûts des constituants du prix de revient.

En ce qui concerne les appareils (investissements), on a retenu comme valable le prix "exportation" annoncé par chacun des experts.

Certaines divergences sont cependant apparues en Italie où il semble que l'étuve Brabender ne puisse être acquise qu'à un prix sensiblement supérieur à celui annoncé (Problème des commissions commerciales des représentants).

Par ailleurs, il y a lieu de remarquer que la part "salaire et charges" représente le poste principal dans le coût d'exploitation.

La valeur de 8 DM = 109 FB du coût horaire correspondant paraît réaliste bien que les conditions de rémunérations pratiquées puissent varier notablement selon la situation géographique, la qualification de fait du personnel employé, son statut du travail, etc...

Dans certains cas, ce taux peut être dépassé, dans d'autres sensiblement inférieur.

Bornons-nous à indiquer qu'une diminution du salaire horaire entraîne, tous autres paramètres restant constants, une diminution des écarts absolus entre coûts unitaires et réciproquement qu'une augmentation des salaires horaires s'accompagne d'une augmentation des écarts absolus entre coûts.

Par ailleurs, le facteur n "Nombre d'analyses à l'heure" joue un rôle primordial dans la constitution du coût unitaire et ce principalement dans l'hypothèse I, où les coûts horaires globaux varient dans le même sens que n et les coûts unitaires en sens inverse.

Dans le cas de l'hypothèse II, les écarts entre coûts Brabender et Beaudesson sont le fait d'écarts entre coûts globaux journaliers et nombre de mesures, provoquant simultanément des variations de même sens.

Au contraire, il y a compensation partielle pour l'étuve Ghezzi en ce sens que son coût global est plus faible, mais ceci est plus que contrebalancé par la faiblesse du nombre de mesures journalier.

Il a été fait remarquer à ce sujet que le nombre d'analyses à l'heure obtenu par le procédé Ghezzi avec trois appareils pourrait être assez substantiellement augmenté si l'on opérait par la méthode "a scatola" (coupelles préparées et séchées en dehors de la balance). Ceci est parfaitement exact, mais n'a pu être pris en considération de façon pratique, l'expérience collective ayant d'un commun accord été effectuée avec le dispositif à suspension directe dit "baricentrico".

ANNEXE A



MESURE DU TAUX D'HUMIDITE DU TABAC

I. - INTRODUCTION

La connaissance du taux d'humidité du tabac s'impose à toutes les étapes de sa transformation industrielle. Au niveau de l'achat où le tabac se présente sous forme de feuilles en vrac ou manoquées, la détermination du taux d'humidité a essentiellement un rôle commercial, rôle classique qui régit les rapports entre vendeur et acheteur.

Et, dès les stades suivants, au cours desquels sont effectuées les premières opérations de traitement industriel, telles que fermentation naturelle ou artificielle et battage, l'humidité du produit a le caractère d'un paramètre physique du traitement.

Ceci explique et justifie d'ailleurs les efforts nombreux entrepris depuis quelques décennies par les fabricants de toute l'industrie mondiale des tabacs, aidés de certains constructeurs, pour tenter sinon de résoudre définitivement le problème, du moins de perfectionner l'ensemble des techniques de mesure du taux d'humidité du tabac.

II. - ETATS DE LIAISON DE L'EAU DANS LE TABAC [5]*

Avant d'aborder les questions relatives à la mesure du taux d'humidité, il n'est pas inutile de rappeler succinctement les divers aspects du phénomène par lequel l'eau est présente dans le tabac. Ce phénomène existe de façon plus ou moins prononcée dans le cas des matières d'origine végétale ou animale telles que bois, fibres diverses, coton, laine, soie, papier, mais il est accentué par la structure relativement complexe de la matière tabac, laquelle réunit dans le même matériau, cellulose, acides organiques, albumine, alcaloïdes, pectines, sucre, matières minérales diverses, matières organiques azotées, cires et huiles essentielles, etc..., lequel matériau reste, même à l'état de produit industriel, organisé physiquement parlant comme un limbe végétal caractérisé par une structure cellulaire plus ou moins poreuse (paranchyme).

* Les références entre [] renvoient à la bibliographie in fine

ETATS DE LIAISON
DE L'EAU ET DU TABAC

(D'après SEEMOFER)

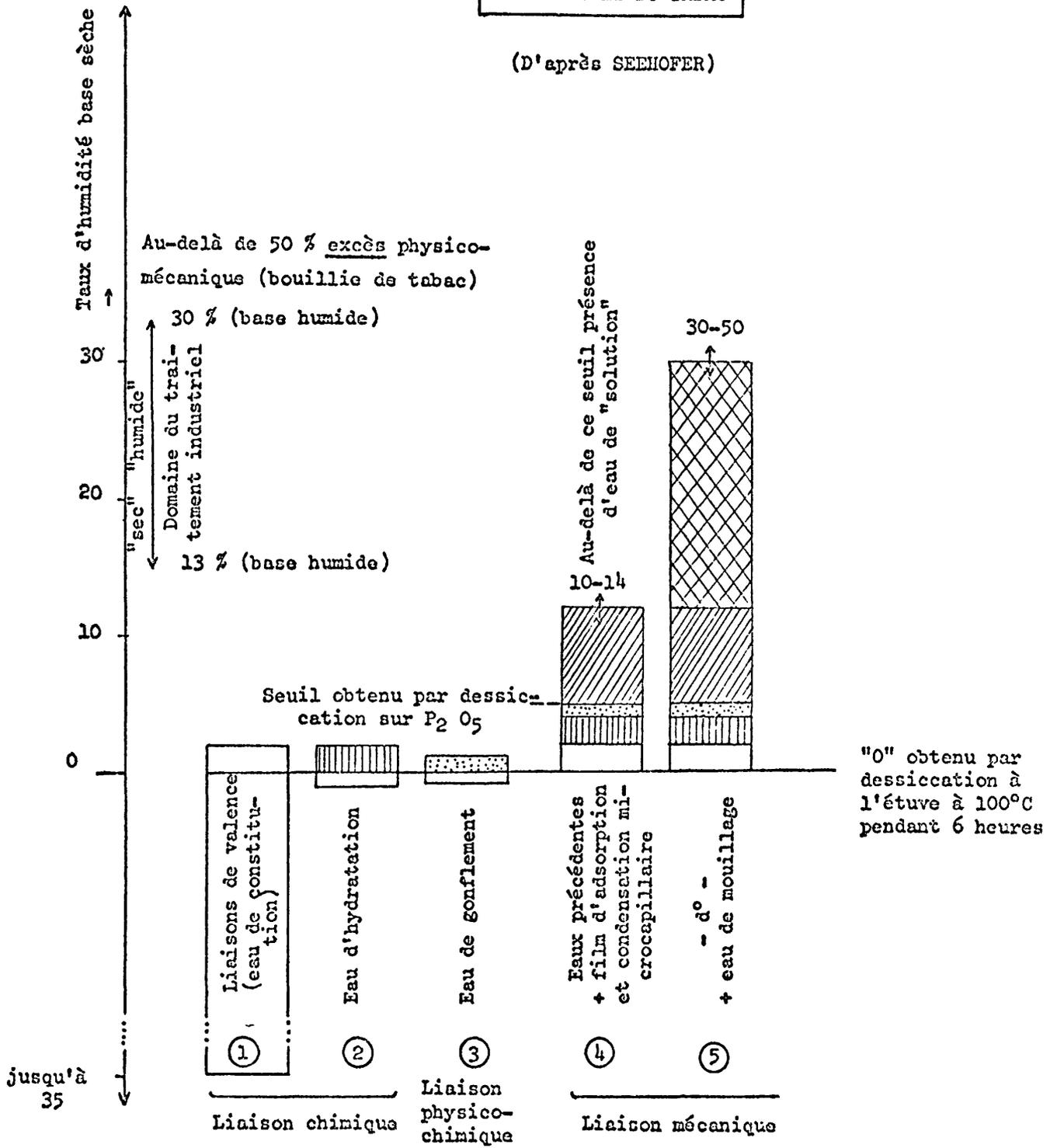


Fig.1

De ce fait, les niveaux d'humidité successifs de la matière correspondent à des formes d'association eau-tabac différentes auxquelles correspondent des états de liaison d'énergie variable.

On peut ainsi distinguer en passant des états les plus "internes" aux états "externes"

- l'eau de constitution { liaisons chimiques sous forme de covalence,
d'électrovalence, d'eau de coordination, de
- l'eau d'hydratation { "complexes", présentes sous tous états de
transition

- l'eau de gonflement - liaison physico-chimique de type Van der Wals correspondant à la quantité emmagasinée à la surface des micelles et partiellement à l'eau de solution des matières cellulaires,

- l'eau de diffusion (par osmose), correspondant à l'absorption par les électrolytes cellulaires,

- l'eau de condensation capillaire correspondant à une liaison mécanique microcapillaire,

- l'eau de mouillage et d'adsorption correspondant à la saturation de l'effet précédent complété par le phénomène d'adhésion et de rétention superficielle.

On pourra se reporter au diagramme ci-contre (Figure 1)

Par ailleurs, si l'on observe que le niveau de dessiccation complète sur l'anhydride phosphorique (désorption prolongée) laisse encore présent dans la matière quelque 5% d'humidité par rapport au zéro obtenu par étuvage et que ce même "zéro" ne tient pas compte de l'eau de constitution et d'hydratation, on peut se rendre compte à quel point la définition du taux d'humidité de cette matière est arbitraire et ne peut de ce fait être donnée que par référence à un procédé de détermination choisi a priori.

III. - PRESENTATION DES PRINCIPAUX PROCÉDES UTILISES [1, 2, 3]

A - Un classement méthodologique permettrait de ranger les divers procédés utilisés pour la détermination du taux d'humidité en :

procédés directs et procédés indirects.

- Au premier groupe se rattachent toutes les méthodes qui consistent à évaluer le taux d'humidité par un dosage de l'eau contenue dans la matière. En pratique, cela consiste à évacuer cette eau (par chauffage par exemple) ou à l'isoler (par voie physico-chimique) et à opérer ensuite par voie de pesée ou de lecture volumétrique.
- Au second groupe se rattachent les méthodes qui consistent à estimer le taux d'humidité de la matière en mesurant une caractéristique physique de cette dernière, étroitement liée à son taux d'humidité: tous les procédés électriques appartiennent à ce groupe.

Si l'on voit bien se dessiner, à partir de cette classification, une différence d'essence, c'est-à-dire de qualité à priori, entre les deux groupes de procédés, il est bon de souligner que tous les procédés "directs" n'ont pas le même degré de simplicité fondamentale. Ainsi certains dosages opérés par voie chimique ou par voie physique sont des dosages indirects en ce sens que ce n'est pas l'eau qui est elle-même dosée, mais un autre corps, produit d'une réaction secondaire. Nous verrons ceci au paragraphe suivant.

B - Le classement technologique permet de séparer les procédés selon le mode opératoire employé. En ce sens, il est plus explicite que le classement précédent.

Parmi les procédés effectivement utilisés pour la mesure du taux d'humidité du tabac, on peut citer :

1) Les étuves

En englobant sous le terme "d'étuve" tous les procédés avec chauffage qui conduisent à une mesure du taux d'humidité par dessiccation de l'échantillon et pesée, on doit faire les remarques suivantes :

Le séchage prolongé à 100° C ou à une température légèrement supérieure jusqu'à un poids constant, adopté en général pour la détermination de l'humidité des végétaux, au moyen d'étuves thermostatiques sans circulation d'air, s'il est appliqué au tabac, provoque l'élimination de l'eau ainsi que des autres substances volatiles pouvant atteindre 4 % en poids du tabac. Pendant le réchauffage, les processus d'oxydation causent une augmentation de poids du tabac sous l'effet de la fixation de l'oxygène atmosphérique. Il faut enfin tenir compte du fait que le réchauffage prolongé élimine toute ou une bonne quantité de l'humidité du tabac, mais il peut aussi provoquer des réactions chimiques particulières avec formation d'eau.

Si ces fautes opposées se compensent, le résultat final peut correspondre à l'humidité réelle du tabac. D'autre part, la méthode la plus répandue dans les laboratoires de contrôle des établissements de fabrication des produits finis (cigarettes, cigares, tabacs hachés pour pipe) se base sur l'emploi d'étuves thermostatiques avec ventilation naturelle ou forcée.

Parmi les équipements habituellement employés on peut citer :

a) Etuve Gay-Lussac

Enceinte fermée sèche maintenue à 100° ou 100° + quelques degrés; le temps de dessiccation est de plusieurs heures.

b) Etuve Hearson

Cette étuve, employée dans les laboratoires de la douane anglaise, est réchauffée par une chemise de vapeur saturée à basse pression et elle peut contenir un nombre élevé d'échantillons.

Le temps de séjour des échantillons dans l'étuve est de 17 heures avec une température n'excédant pas 100° C.

c) Etuves Albertoni et Valdé à pesée directe [3]

Perfectionnements des systèmes précédents, conçus pour obtenir plus commodément le taux d'humidité, l'échantillon étant lié à un peson ou une balance à lecture directe ou même enregistreuse, telles sont les étuves ALBERTONI et VALDE à pesée directe.

Ces deux dernières étuves, fabriquées en Italie, se composent de deux chambres réchauffées par des résistances électriques. Dans l'une des chambres, où l'on maintient la température préétablie au moyen du thermomètre Vertex, on place l'échantillon directement relié à une balance à bras angulaires avec lecture directe. Dans la deuxième, dont la température est légèrement inférieure à celle de la première chambre, on place d'autres échantillons de tabac contenus dans des coupelles appropriées, qui sont ensuite portés dans la première chambre pour la lecture, espacés l'un par rapport à l'autre par une période de temps convenable.

La température généralement employée dans la chambre thermostatique est de 100° C et le temps de séjour de 2 heures.

Ces étuves ont l'avantage de la lecture directe de la valeur d'humidité. Cependant, il faut remarquer que par la balance à bras angulaires pour les interpolations entre les valeurs indiquées dans le cadran de lecture il n'existe pas une proportionnalité directe entre les poids et les angles. Et encore, les deux chambres de l'étuve n'ayant pas une température égale, des fautes peuvent se vérifier dans l'évaluation de l'humidité, parce que les échantillons ne restent pas tous, pour le temps préétabli, à la même température.

Les étuves Valdé et Albertoni ont été ensuite modifiées : en effet, dans l'étuve Valdé on a éliminé la cloison entre les deux chambres pour installer le thermomètre Vertex dans une position centrale; dans l'étuve Albertoni on a eu recours à un deuxième thermomètre placé dans la chambre de préchauffage. Le fait d'ouvrir plutôt fréquemment la porte des étuves pour transférer les divers échantillons à la balance à lecture directe est cependant une cause d'erreurs. Les étuves Albertoni et Valdé ont été remplacées en Italie depuis quelques années dans les manufactures de tabac, tandis qu'elles sont encore employées dans certaines agences et commission d'inspection. Les deux Maisons qui fabriquaient ces étuves ont cependant cessé cette production.

d) L'étuve Brabender [19]

C'est une enceinte fermée thermorégulée et ventilée, qui peut traiter dix échantillons de 10 g à la fois, placés en coupelles sur un plateau tournant. Une balance incorporée permet de déterminer directement le taux d'humidité de

l'échantillon après séchage, sans sortir celui-ci de l'enceinte. La durée du séchage est de l'ordre de 1 heure et dépend de la température retenue (entre 80° et 120° C).

e) Le sécheur Beaudesson

Aux "étuves" nous rattachons les sécheurs BEAUDESSON qui, bien que n'opérant pas en chambre fermée, effectuent le séchage de l'échantillon en soufflant de l'air chaud à travers celui-ci. Un peson directement gradué en taux d'humidité pour une base de 10 g est associé à l'appareil. Ces types de sécheurs imaginés en 1934 par un Ingénieur du SEITA, sont encore très employés. Ils ont le principal mérite de donner une mesure en cinq minutes avec une précision de $\pm 0,2$ % absolu si l'appareil est correctement réglé et que l'on opère avec soin (Fig. 2).

Le taux d'humidité obtenu au sécheur Beaudesson sert habituellement, en France, de référence pour la fabrication industrielle [7].

Leur inconvénient principal, propre d'ailleurs à de nombreux procédés, est de n'opérer que sur des échantillons réduits (10 g), ce qui pose le problème de l'assiette d'échantillonnage.

L'appareil présenté sur la figure est la version la plus ancienne de ce sécheur dite "EM 10" qui opère pendant cinq minutes exactement sur l'échantillon à sécher. Une version plus récente de l'appareil dite "ET 10" travaille sur un principe un peu différent. Le temps de séchage n'est plus constant et dépend de la vitesse avec laquelle la température de l'air de séchage est atteinte : lorsque celle-ci atteint 103° C sous l'échantillon, l'opération est automatiquement arrêtée. Ce sécheur est plus puissant que le précédent et une mesure sur 10 g peut être obtenue en 2,5 à 3 mn, au lieu de 5 mn. Cependant, l'expérience a montré que la précision de la mesure ainsi que sa fidélité était meilleure avec le modèle EM 10 qu'avec le modèle ET 10.

f) Les appareils à rayonnement infrarouge [3, 14]

Ils peuvent également se rattacher au groupe des "sécheurs". Le plus généralement, ces appareils comportent une source de rayonnement, lampe à rayonnement infrarouge qui irradie l'échantillon placé sur le plateau d'une balance. Ces

- Sécheur électrique BEAUDESSON -

Vue de profil

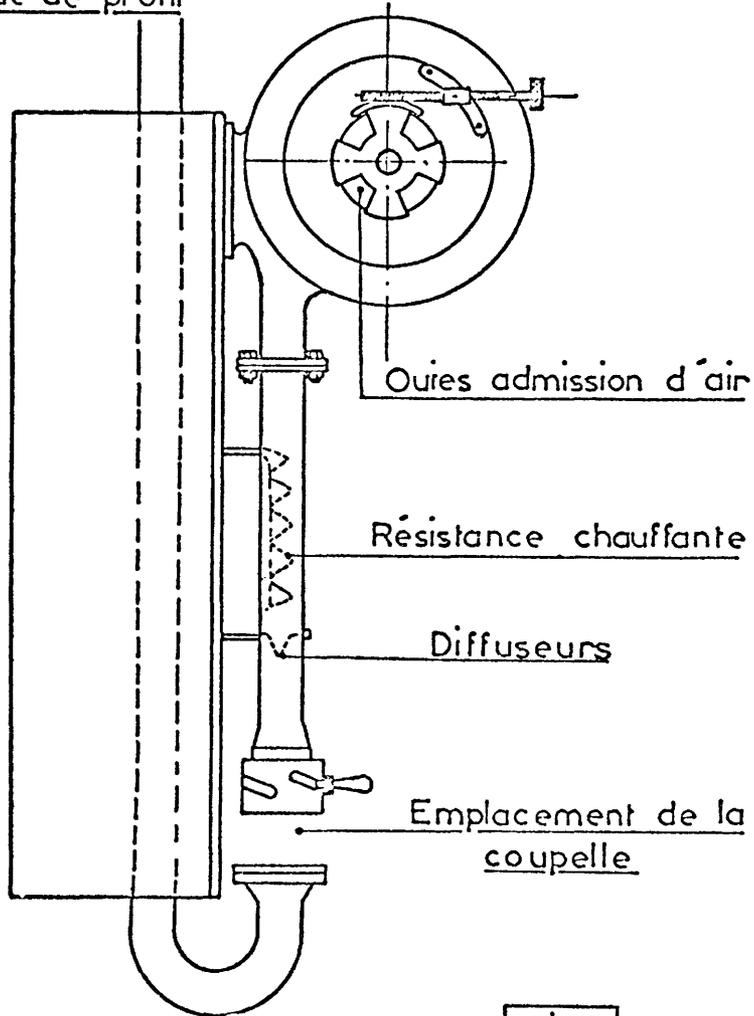


Fig 2

appareils sont surtout appropriés pour suivre la courbe de dessiccation d'un échantillon en fonction du temps, mais ne travaillent que sur des quantités souvent réduites. Citons l'humidimètre GALLIA, l'humidimètre GHEZZI, l'hygroscope HASLER.

En général, ces appareils bien adaptés à l'analyse thermogravimétrique isotherme de produits minéraux ou de certains produits organiques pâteux ou pulvérulents, ne sont pas très appropriés à la mesure rapide et précise du taux d'humidité du tabac pour les raisons suivantes :

- a) la matière est en ce cas trop foisonnante et seule une partie de l'échantillon est soumise directement au rayonnement infrarouge,
- b) il s'en suit que si l'on veut obtenir sa dessiccation dans un délai raisonnable, on est conduit à chauffer assez fortement le dessus de l'échantillon, d'où hétérogénéité du séchage et risque de décomposition thermique partielle de la matière.

g) Les étuves à haute température ($\geq 150^{\circ} \text{C}$)

Les tunnels thermorégulés, type CARTER-SIMON, et l'étuve CHOPIN à détection par flamme d'acétylène appartiennent à ce groupe. L'inconvénient de ces matériels est principalement l'action d'une température élevée qui, certes, déplace l'eau rapidement, mais dégrade et volatilise également certains constituants organiques.

h) Le séchage par micro-ondes [12]

Ce procédé est à rapprocher des étuves, bien plus que des procédés électriques. Il consiste en effet à sécher l'échantillon dans un four à micro-ondes, l'essentiel de la mesure étant constitué, comme avec les procédés classiques, par des pesées avant et après séchage.

L'avantage du séchage UHF réside dans son aptitude à pénétrer au coeur du matériau et à délivrer une énergie calorifique par unité de volume élevée d'où la rapidité du séchage.

Parmi les matériels à signaler on peut citer :

- l'étuve FVA 1213 de THOMSON-CSF couplée avec un générateur UHF 1211 qui travaille sur la fréquence 2450 MHz avec une puissance maximale de 1,5 kW.

La capacité du four étuve est de 27 litres. Le plateau sur lequel on place le matériau à sécher peut tourner à 10 tr/mn ce qui offre l'intérêt d'assurer une meilleure répartition du champ UHF dans le matériau.

Nous n'avons pas l'expérience de ce matériel; cependant, il est possible de faire a priori les observations suivantes :

- l'emploi de micro-ondes ($N > 300$ MHz) rend pratiquement inexistants les délicats problèmes de géométrie du diélectrique que l'on rencontre avec les simples hautes fréquences,
- il faut être sûr cependant que la température au sein du matériau ne dépasse pas localement la valeur considérée comme critique pour la mesure (de 80° à 100°) pour éviter l'évacuation de matières organiques thermo-décomposables,
- la durée du séchage doit être de l'ordre de grandeur de celle que l'on observe avec les étuves classiques, à moins qu'une convection suffisante soit spécialement prévue pour évacuer l'air saturé de vapeur d'eau au voisinage de la matière. D'après le Constructeur, la durée de séchage serait plusieurs dizaines de fois plus courte qu'avec de l'air chaud.
- un intérêt non négligeable du matériel est le volume disponible pour le séchage (27 l) ce qui autorise évidemment des échantillons assez substantiels,
- enfin, l'équipement est d'un prix relativement élevé (environ 20.000FF), auquel il faut ajouter coupelles et matériel de pesée.

i) Le séchage par dessiccateurs [19]

Aux étuves on peut rattacher le procédé dit des exsiccateurs qui, quoiqu'opérant sans chauffage, travaille finalement suivant un principe de mesure voisin (perte de poids).

L'échantillon à analyser est placé, après pesée, dans une enceinte fermée qui contient un déshydratant énergétique: perchlorate de magnésium anhydre, acide sulfurique, pentoxyde de phosphore ou gel de silice. Après un temps de dessiccation variable (quelques heures à plusieurs semaines), le poids de l'échantillon ne varie plus; on considère alors qu'il est entièrement sec et son taux d'humidité est facilement déterminé à partir des deux pesées. Ce procédé est évidemment simple et peu coûteux, du moins en matériel. En revanche, on ne peut le conseiller dans le cas qui nous occupe car on n'est jamais absolument sûr d'une extraction complète de l'eau quel que soit le déshydratant utilisé et d'autre part le délai nécessaire à une mesure, au moins plusieurs jours, est plutôt dirimant.

x

x

x

Avant d'aborder les procédés physico-chimiques proprement dits mentionnons un dernier procédé purement physique. Le tabac se met en équilibre hygroscopique avec l'atmosphère qui l'entoure (Cf annexe B). On a proposé de déterminer ainsi indirectement son taux d'humidité à partir de la mesure du degré hygrométrique de l'atmosphère située dans son voisinage immédiat. Cette mesure, elle-même est effectuée le plus souvent de manière indirecte par voie électrique: nous en disons quelques mots dans le paragraphe concernant les humidimètres électriques.

2) Les procédés d'extraction physico-chimiques et chimiques

a) La distillation azéotropique au benzol [4, 6, 7]

Elle repose sur le fait que l'eau non miscible au benzol (C_6H_6) est entraînée sous forme de vapeur dans le mélange distillé.

./.

L'appareillage utilisé comporte essentiellement un ballon, une colonne de distillation avec réfrigérant et un tube de décantation latéral terminé par une recette graduée dans laquelle l'eau entraînée, plus lourde que le solvant, se rassemble après décantation; la mesure est volumétrique. On travaille généralement sur un échantillon de l'ordre de 50 g. La mesure dure plusieurs heures (2 à 3 heures). Les résultats sont précis et reproductibles.

Ce procédé est adopté par de nombreux fabricants européens comme procédé de référence pour la détermination du taux d'humidité du tabac. Mais le procédé, par les techniques qu'il met en oeuvre, n'est pas approprié aux mesures "de routine".

Il y a lieu de mentionner que d'autres corps aromatiques, tels que le toluène et le xylène ont été proposés en lieu et place du benzène. Toutefois, leur point d'ébullition plus élevé (108°C et 140°C respectivement) ne les rend pas recommandables dans le cas du tabac, car la distillation peut alors s'accompagner d'une certaine décomposition thermique de la matière.

Par ailleurs, il existe aussi d'autres types d'appareillage avec lesquels on peut effectuer la distillation au moyen d'hydrocarbures chlorés: comme ces solvants non miscibles à l'eau sont de densité plus élevée qu'elle, il faut modifier les appareils en conséquence. L'avantage du tétrachloréthane est qu'il est incombustible et présente moins de risques pour la santé que le benzène; en revanche, l'appareillage est plus complexe et les manipulations sont peu commodes.

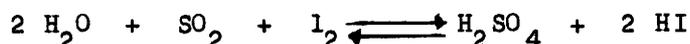
b) Titration de KARL-FISCHER [1, 2, 20]

Procédé essentiellement chimique réservé à des mesures précises pour des échantillons réduits et généralement pulvérisés.

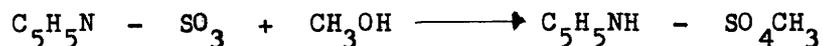
L'eau est d'abord extraite par de l'alcool absolu (éthanol à 99,99%) et dosée au sein de l'extrait. Le dosage est fondé sur l'oxydation de l'anhydride sulfureux avec réduction de l'iode par décomposition de l'eau. On utilise pour cela une solution titrée d'iode, d'anhydride sulfureux dans l'alcool méthylique en présence de pyridine.

./.

La méthode Karl Fischer est fondée sur la réaction de principe suivante :



Cette réaction réversible est déplacée totalement vers la droite en présence de la pyridine et du méthanol par suite de la formation de composés complexes selon le mécanisme suivant :

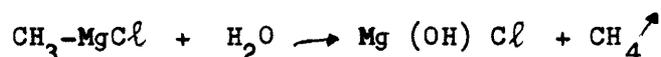


L'apparition d'iode dans la fiole de titration indique la fin de la réaction et permet donc le dosage par lecture volumétrique sur la burette. Un calcul simple permet d'accéder au taux d'humidité.

La mesure requiert un matériel approprié, une solution de Fischer étalonnée et un personnel bien qualifié.

c) Méthode de TSEREVITINOV [18]

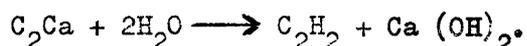
Elle est fondée sur la réaction de l'eau en présence d'un dérivé organomagnésien, dit "composé de Grignard" :



Le dosage de l'eau, pour autant que la réaction ait été complète, peut ainsi s'effectuer de manière indirecte par mesure du volume de méthane dégagé. A notre connaissance, aucun appareillage spécial n'a été proposé pour l'application de cette technique au tabac, ni aucun mode opératoire précis n'a été élaboré dans ce cas.

d) Bombe au carbure de calcium [1, 14]

La méthode repose sur la transformation en acétylène du carbure de calcium en présence d'eau selon la réaction



L'échantillon est introduit dans un récipient métallique à parois épaisses (bombe) muni d'un couvercle à manomètre. On y ajoute des ampoules de C_2Ca sec en excès et des billes d'acier. Par agitation les billes brisent les ampoules et la réaction se produit. Une lecture manométrique permet de déterminer le volume gazeux, puis l'ayant corrigé de température, d'accéder après un calcul simple à la masse d'eau ayant réagi.

Cette mesure est rapide, commode pour obtenir un ordre de grandeur, mais peu précise. Particulièrement adaptée aux matériaux minéraux (sable par exemple) non poreux, elle présente l'inconvénient fondamental de ne prendre en compte que l'eau superficielle ou capillaire, mais de ne pas atteindre l'eau fixée à des niveaux internes. Elle pourrait dans certains cas, servir de procédé "rustique" pour un contrôle approximatif de l'humidité des tabacs bruts à l'achat.

e) Méthode Bernardine

La méthode Bernardine utilise une solution en alcool éthylique absolu d'éthoxyde de baryum, dont le titre est établi avec une solution 0,2 N d'acide sulfurique. L'éthoxyde de baryum, lorsqu'il réagit quantitativement avec de l'eau, se décompose en alcool et hydroxyde de baryum (4 molécules d'eau précipitent un atome de baryum). De la quantité d'acide sulfurique 0,2 N utilisée dans le titrage d'éthoxyde de baryum, qui a été traitée avec de l'eau extraite de 5 grammes de tabac par alcool éthylique absolu, on peut remonter à la quantité d'éthoxyde de baryum décomposé. Un ml d'acide sulfurique 0,2 N correspond à 0,0072 - 0,0076 grammes d'eau.

L'erreur expérimentale de la méthode Bernardine est environ 0,1-0,3%, lorsqu'elle s'applique à des tabacs séchés au préalable jusqu'à un poids constant et auxquels on a ajouté des quantités connues d'eau. Les résultats obtenus par cette méthode concordent avec ceux obtenus par la détermination de la perte de poids par évaporation de l'eau dans le vide. Quelques composés du tabac qui parviennent à passer dans la solution alcoolique n'influencent pas d'une manière significative la réaction et l'erreur ne dépasse pas 0,1 - 0,2% du contenu total en eau.

3) Les procédés électriques [1, 2, 3, 9]

Les procédés électriques de détermination de l'humidité dans les matériaux sont en floraison. Il ne saurait être question de passer en revue tous les systèmes, procédés, nous dirions même astuces technologiques auxquels les constructeurs ont eu recours pour tenter de résoudre ce problème difficile.

Tous ces procédés en fait reposent sur quelques propriétés simples (du moins en apparence) des matériaux humides.

- La résistivité ρ du matériau décroît lorsque l'humidité augmente.
- Sa constante diélectrique absolue ϵ (ou permittivité) croît avec l'humidité.
- Enfin, son angle de perte ϕ qui traduit le retard de polarisation diélectrique sur un champ électrique alternatif croît lui aussi avec l'humidité.

Sur le plan fondamental et expérimental, de nombreux travaux ont été publiés depuis une quinzaine d'années.

Parmi les plus intéressants publiés en langue française, on doit mentionner ceux de M. STERU qui a brossé un tableau assez complet des phénomènes qui régissent la conversion de l'humidité dans les solides en grandeurs électriques. Nous y renvoyons le lecteur.

Avant d'exposer ce qui a été fait en ce domaine et ce qui reste à faire, il nous paraît particulièrement indiqué de rappeler ce qui suit, extrait d'un résumé de présentation de M. STERU :

"Quoique les méthodes électriques soient variées quant aux phénomènes physiques sur lesquels elles s'appuient et aux techniques utilisées, les divers dispositifs, réalisés à ce jour, présentent encore des imperfections qui influent sur la précision et la répétabilité des mesures.

Le plus souvent, ces imperfections ne sont pas dues à l'appareillage électronique de mesure, car la technique électronique actuelle offre de grandes possibilités; les déficiences proviennent de la conversion même de l'humidité du matériau en la grandeur électrique qui doit en constituer la mesure et de l'influence des divers facteurs perturbateurs intimement liés à cette conversion".

Ceci, qui nous paraît fondamental, correspond à notre manière de voir le problème.

En dehors même des propriétés physico-chimiques évoquées au paragraphe II de cet exposé, caractérisant divers niveaux de liaison entre eau et tabac, donc entraînant des discontinuités dans les phénomènes physiques qui leur sont liés, il convient de souligner à quel point le tabac est un matériau hétérogène, anisotrope, de structure extérieure mal définie.

De plus, alors même qu'à l'état de scaferlati, c'est-à-dire de tabac haché et le plus souvent en mélange d'espèces, le tabac présente ces irrégularités de constitution macroscopique, on conçoit qu'à l'état de tabac brut, en feuilles ou en strips, la matière soit à ce point de vue encore plus insaisissable.

Lorsque l'on passe d'une espèce à l'autre, voire d'un étage foliaire à un autre, les propriétés physiques et chimiques de l'échantillon varient et avec elles les grandeurs électriques fondamentales, telles que résistivité ou permittivité, encore qu'elles soient, dans le cas d'un matériau brut, bien difficiles à définir correctement.

Autrement dit, pour un échantillon donné et se présentant sous des caractéristiques physiques bien déterminées, telles que état de division de la matière, taux de compression, température, volume et masse prise en compte, etc..., on peut établir une liaison entre son taux d'humidité et une grandeur électrique mesurable.

Mais il ne faut pas perdre de vue que la forme de la liaison dépend des paramètres cités ci-dessus.

Nombre de mécomptes obtenus par les procédés électriques les plus divers viennent pour partie non négligeable des circonstances évoquées ci-dessus, car il est de fait assez difficile de se rendre maître de la géométrie de l'échantillon.

Examinons maintenant les principaux appareils utilisés pour la détermination du taux d'humidité du tabac par un procédé électrique.

a) Appareils à conductivité [2]

Parmi les très nombreux modèles existants, on peut citer :

parmi les plus anciens

- Le Moisture Meter Tag

Cet appareil est constitué par un tâteur cylindrique à presse, conçu pour 40 g de tabac environ; les électrodes sont constituées par des pointes qui s'enfoncent dans le tabac; de plus, un thermomètre supporté par l'électrode supérieure permet la lecture de la température au moment de la mesure.

L'appareil de mesure proprement dit procède par détermination de l'intensité qui parcourt la résistance en tabac qui est soumise à une différence de potentiel continue et constante.

- Le psychromètre Siemens-Halske

Il est de conception voisine au précédent, mais légèrement plus perfectionné dans sa partie circuit de mesure. La tension débitée par l'accumulateur est élevée par une bobine d'induction, pour augmenter la sensibilité, et redressée. Un potentiomètre permet l'ajustement à une valeur constante.

On mesure la résistance par comparaison de sa tension aux bornes avec celle qui règne aux bornes d'une résistance fixe.

Différents types d'électrodes sont prévus avec l'appareil: pinces, tampon, sonde pour mesure de l'humidité dans les balles.

- L'hygroscope Hygromec Ltd

Appareil pour la détermination de l'humidité dans les matières ensachées par mesure de résistance au moyen d'une sonde multibroche enfoncée dans la matière. Sa conception le rend surtout utile pour les matières pulvérulentes.

Parmi les matériels les plus évolués, on doit mentionner :

- La gamme très étendue des humidimètres Testron (Vienne, Autriche), dont la résistance à mesure est montée en pont avec une résistance de comparaison, la sortie se faisant dans le circuit cathode d'un tube monté en volt-mètre.

Un certain nombre de modèles de cette gamme, en constante évolution, sont spécialement adaptés à la mesure du taux d'humidité du tabac coupé ou des cigarettes. Des capteurs spéciaux sont prévus pour la mesure en continu.

- La série des hygromètres Aqua-Boy (Mundiger : KPM) conçus pour des mesures sur des matériaux variés à l'aide d'électrodes multiples.

- Les équipements Feutron (Karl Weiss K.G.) dont les caractéristiques sont voisines des matériels précédents.

- Aux appareils à conductivité, on peut rattacher les électro-psychromètres dont le capteur est une cellule hygrosensible qui, plongée dans le milieu à étudier, se met en équilibre hygrométrique avec celui-ci, selon son taux d'humidité. Tels sont les appareils SAP et l'hygroscope SINA.

Dans ces derniers cas, la conversion humidité -----> résistance comporte une relation physique supplémentaire : équilibre entre la tension de vapeur de l'atmosphère ambiante et l'humidité du matériau. Point n'est besoin d'insister pour souligner combien l'acquisition de l'humidité réelle du matériau reste dans ces conditions plus que problématique, quelle que soit la qualité du signal obtenu et des traitements qu'il subit.

./.

b) Appareils à capacité [1, 2, 3]

Ces appareils mesurent soit la constante diélectrique, soit l'angle de perte, soit simultanément ces deux facteurs sur un échantillon de tabac soumis à un champ électrique alternatif à haute fréquence.

Il existe d'assez nombreux appareils. Nous n'en citerons que trois.

- L'humidimètre HWK (Hauni)

L'appareil est conçu pour la mesure en continu: le capteur lui-même est constitué par un condensateur à deux armatures montées en V longitudinalement dans un couloir oscillant (transporteur à secousses).

La section du transporteur est dessinée pour, qu'en principe, le flux de scaferlati déversé dans la partie médiane du transporteur remplisse bien la partie en V du couloir et que l'excès soit acheminé sur les rives de celui-ci.

Au niveau du condensateur de mesure, le garnissage doit être régulier et horizontal.

Le principe de fonctionnement est le suivant : le condensateur de mesure est inséré dans un circuit oscillant alimenté par un générateur HF; un condensateur variable compense en permanence les variations dues aux fluctuations d'humidité jusqu'à résonance du circuit. On relève la tension de crête du circuit oscillant. Une sonde à thermistance permet la correction permanente des écarts dus aux variations de température du matériau.

Ce système, essentiellement développé pour la mesure du taux d'humidité en continu sur tabac haché, en mélange, demande un étalonnage préalable (nature du mélange). Il semble mal adapté à la détermination de la teneur en eau sur tabacs en feuilles.

- L'humidimètre HYT 21 (Compagnie des Compteurs)

Il s'agit d'une version pour le tabac d'un appareil existant précédemment pour la mesure d'humidité dans les céréales (matières en grains).

Dans le doseur type HYT, un échantillon de scaferlati de poids donné (150 g de 10 à 22% - 120 g de 20 à 32%) est introduit entre les armatures d'un condensateur-étalon, dont la capacité est ainsi fonction de l'humidité du tabac.

Un condensateur variable est monté en parallèle sur le condensateur-étalon et, lors d'une mesure d'humidité, il est amené dans une position telle que l'ensemble des deux condensateurs en parallèle conserve toujours la même capacité. La position du condensateur variable est ainsi fonction de l'humidité du corps considéré. Le secteur angulaire ainsi défini peut être gradué en % d'humidité. Un papier diagramme solidaire du condensateur variable représente la loi de variation.

La mesure de capacité proprement dite est faite en insérant l'ensemble condensateur-étalon (condensateur variable) dans le circuit d'un oscillateur dont la fréquence F_v est fonction de la capacité de l'ensemble. Pour une certaine valeur de cette capacité, la fréquence F_v devient égale à la fréquence F_0 d'un oscillateur de référence à quartz (16 MHz).

Des essais assez nombreux ont été effectués sur cet appareil, lequel a subi diverses transformations nécessitées par le problème particulier posé par la mesure sur scaferlati.

Ces essais nous ont permis de conclure que, malgré les avantages de ce type de mesure, il subsistait de nombreux écueils parmi lesquels on peut citer :

- la nécessité d'une stabilisation électrique parfaite de l'appareil,
- la nécessité d'avoir un remplissage parfaitement homogène de la capacité de mesure: la réponse de l'appareil dépendant non seulement du remplissage spécifique moyen, mais aussi de la répartition du scaferlati dans la cavité,
- l'obligation de procéder à un étalonnage pour chaque type de mélange et de prévoir une courbe de correction de température correspondante.

Ces observations nous incitent à penser que le procédé est encore moins adapté à la détermination du taux d'humidité sur tabacs en feuilles.

- L'humidimètre HE 110 (CGEI-Lepaute) [14]

Ce système présente des particularités originales :

- a) D'une part, la mesure est fondée sur l'acquisition simultanée de la permittivité ϵ et de la tangente σ de l'angle de perte, toutes deux fonctions de l'humidité

$$\epsilon = f (H) \quad \sigma = g (H)$$

et l'on sait que l'amortissement d'un circuit oscillant chargé d'un condensateur à fortes pertes peut être tel que l'oscillation décroche. Les mesures fondées sur la seule résonance ne sont donc pas adéquates.

- b) D'autre part, la structure plane du capteur est très favorable à la mise en place de celui-ci de façon continue sur un flux de matière en déplacement. Ce capteur est constitué par des armatures situées dans le même plan soumises à un champ alternatif de 500 KHz. En outre, un champ électrostatique auxiliaire est créé dans un plan perpendiculaire à celui des armatures: selon les lois de l'électromagnétisme les lignes du premier champ sont alors courbées vers la matière, de sorte que le diélectrique, objet de la mesure, se trouve donc entre les armatures alors qu'il est, électriquement parlant, à l'extérieur du capteur (Brevet CGEI).

Toutefois, sa conception même le rend plus apte à travailler sur un flux de matière relativement homogène et se déplaçant en continu qu'à déterminer de façon discontinue le taux d'humidité de quelques échantillons.

En outre, bien que l'idée de combiner à la fois une mesure d'angle de pertes et une mesure de constante diélectrique soit a priori favorable à une détermination plus précise de l'humidité, on ne peut éviter les sujétions inhérentes à ce groupe de méthodes dont la principale est la nécessité de procéder à un étalonnage préalable selon l'espèce de tabac soumise à mesure. Cet inconvénient semble dirimant dans le cas qui nous occupe.

./.

4) Les procédés physiques modernes

a) Spectrométrie infrarouge

L'eau présente une bande d'absorption pour le rayonnement infrarouge moyen vers $3,5 \mu$. On commence par constituer un extrait de l'eau du corps à analyser dans une solution organique par exemple un mélange de méthanol et de tétrachlorure de carbone. On place l'extrait dans une cuve spéciale traversée par le rayonnement et l'on enregistre l'absorption de celui-ci dans la bande de longueur d'onde appropriée. La mesure des "pics" après étalonnage de l'appareil, par exemple au moyen d'une solution témoin, permet la détermination indirecte du taux d'humidité. Les manipulations sont longues et délicates. La précision n'est pas très élevée (10% en valeur relative). Le matériel est très coûteux et ne peut être employé que par un personnel qualifié. Les spectromètres IR sont domaine du laboratoire où ils sont employés pour de multiples types de dosage, mais de moins en moins fréquemment ceux de l'eau lorsqu'il s'agit d'une analyse effectuée à titre principal.

b) Chromatographie en phase gazeuse [21]

Ce procédé récent a jusqu'ici été employé dans le cas du tabac pour la mesure de l'humidité dans le condensat de fumée. A l'heure actuelle des essais sont en cours en vue de l'appliquer aux déterminations de l'humidité dans le tabac lui-même [22].

Le principe de la mesure est le suivant :

- Fractionnement en colonne dont la phase stationnaire est constituée par un polymère poreux composé de chaînes éthyl-vinyl-benzène liées entre elles par du divinylbenzène (ex : PORAPAK - Q)
- Détection par thermo-conductivité
- Enregistrement graphique.

Cette méthode est une méthode de laboratoire exigeant un personnel hautement qualifié.

Nous citons maintenant, plutôt à titre d'information, trois procédés de type "indirect". [16]

c) Humidimètres à neutrons

Nous les mentionnons pour mémoire, car ils ne sont pas adaptés à une mesure de l'humidité sur produits organiques.

Le principe de la mesure repose sur l'effet de ralentissement et de diffusion auquel sont soumis des neutrons rapides lorsqu'ils viennent en collision avec un proton : noyau d'hydrogène.

Pour que la mesure ait un sens, il faut naturellement que :

- a - la collision avec des protons soit largement le facteur prépondérant du processus de ralentissement diffusion,
- b - ces protons soient dans la matière à l'état de molécule d'eau puisque c'est celle-ci que l'on veut indirectement détecter et doser par le moyen du phénomène décrit ci-dessus.

On se sert généralement de sondes cylindriques ou semi-sphériques qui contiennent à la fois la source émettrice et les appareils récepteurs détecteurs: ceci rend la mesure appropriée à des mesures sur matières en vrac, en balles, en boucauts et in situ serait adapté à la mesure des tabacs emballés...

Malheureusement la condition b) ci-dessus fait écarter ce procédé pour la mesure de l'humidité de produits organiques qui, par définition, contiennent des atomes d'hydrogène dans la molécule de leurs constituants.

Le mouvement est assez commode et le procédé est surtout employé pour la mesure de l'humidité des sols.

- Absorption énergétique des micro-ondes électromagnétiques

Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques de fréquence comprise entre 1 et 100 GHz. Elles sont actuellement utilisées dans de nombreux domaines, en particulier analyse physique des matières plastiques, métrologie de distances et épaisseur, interférométrie, métallorgraphie, etc... [8, 11, 15]

On tente également de domestiquer celles-ci pour la détermination des taux d'humidité de divers matériaux. Le stade expérimental semble dépassé en ce qui concerne les matériaux homogènes et isotropes (liquides, certaines poudres, etc....), mais non encore en ce qui concerne le tabac. [10]

Le principe de la mesure est le suivant :

Un générateur émet des micro-ondes de façon très dirigés à l'aide d'un cornet approprié qui canalise celles-ci vers la matière à tester, un second cornet placé en vis-à-vis recueille la part de l'énergie ainsi véhiculée qui n'a pas été absorbée par la matière.

On observe que l'eau contenue dans la matière a un pouvoir d'absorption énergétique plusieurs centaines de fois, voire plusieurs milliers, supérieur à celui du matériau sec lui-même.

Une mesure d'absorption énergétique ou d'atténuation d'intensité est donc une mesure indirecte du taux d'humidité de la matière.

La bande utilisée pour ce genre de mesures va de 2,8 à 10 GHz, selon le type d'appareil utilisé.

Les avantages d'un tel procédé sont évidents, les principaux étant :

- rapidité de la mesure
- possibilité d'une mesure "en continu" avec faculté de traiter le signal obtenu en vue d'un calcul de contrôle ou de régulation de processus.

Mais les inconvénients sont à la mesure de ces avantages :

- la technique elle-même est encore un peu balbutiante,
- sur le plan fondamental
 - un étalonnage préalable est nécessaire dès que la nature physique ou chimique du matériau change, ce qui rend le procédé peu adéquat pour le traitement de matières végétales de provenance variable,
 - même étalonné l'appareillage ne donne de résultats reproductibles que si l'échantillon soumis au test est placé dans des conditions reproductibles, en particulier état géométrique, tassement, orientation par rapport au flux UHF

"L'un des problèmes les plus difficiles dans l'application des fréquences micro-ondes à la mesure de l'humidité réside dans l'étude et la conception appropriée des chambres sensibles qui fournissent un trajet convenable pour les micro-ondes et garantissent un échantillonnage homogène ou constant" (J. Bilbrough). [15]

- en outre, l'absorption énergétique dépend assez fortement de la température du matériau,
- enfin, le système est constitué par un équipement coûteux.

Finalement, à des avantages importants qui restent encore théoriques correspondent des inconvénients pratiques presque dirimants.

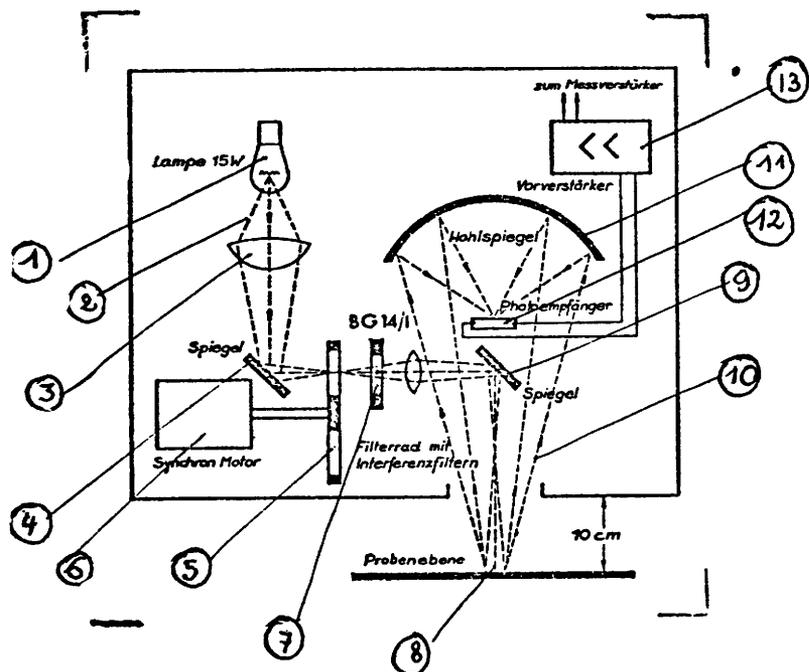
Il est à souligner que si le procédé présente quelques analogies avec le procédé de séchage par micro-ondes, son principe s'en écarte sensiblement :

- Dans le séchage par micro-ondes, l'échantillon est placé dans un espace clos (ou capacité) dans lequel toute l'énergie électromagnétique est finalement absorbée sous forme calorifique, les ondes se réfléchissant sur les parois de la cavité.
- Dans l'absorption par micro-ondes au contraire, l'échantillon est traversé par un faisceau canalisé dont une partie de l'énergie est absorbée, d'ailleurs sous forme calorifique, par le matériau humide.

Fig. 3

Humidimètre à absorption IR Pier.

- Principe -



- 1 Lampe d'émission du rayonnement
- 2 Faisceau polychromatique
- 3 Condensateur
- 4 Miroir plan
- 5 Filtres interférentiels montés en secteur
- 6 Moteur synchrone
- 7 Filtre supplémentaire pour lumière visible
- 8 Plan de l'échantillon
- 9 Miroir de renvoi
- 10 Lumière réfléchie
- 11 Miroir concave
- 12 Capteur photoélectrique au SPb
- 13 Préamplificateur

- Humidimètre à absorption de rayonnement infrarouge (Fig. 3)

La molécule d'eau présente deux bandes d'absorption préférentielles dans le proche infrarouge au voisinage de 1 940 et de 1 450 nm.

Le principe de la mesure consiste à comparer l'absorption obtenue par réflexion du faisceau infrarouge sur le tabac dans une zone où l'eau n'absorbe pas, par exemple 1 200 nm avec l'absorption dans une bande précédente, par exemple 1 450 nm. [13]

Si l'on règle l'appareil pour que le signal de sortie à $\lambda = 1\ 200$ nm ait une valeur constante prédéterminée, le rapport $\frac{\text{absorption à } 1\ 450\ \text{nm}}{\text{absorption à } 1\ 200\ \text{nm}}$ est caractéristique du taux d'humidité du tabac. Le schéma ci-contre montre le principe de réalisation de l'appareil.

Le fonctionnement en est le suivant :

Une lampe à incandescence (1) délivre un faisceau lumineux complexe (2), focalisé par un condensateur (3) et renvoyé par un miroir-plan (4).

Le faisceau traverse alors un premier dispositif filtrant rotatif (5), mu par un moteur synchrone (6). Ce dispositif comporte deux filtres à respectivement 1 200 nm et 1 450 nm de surface égale à un quart de cercle séparés par des secteurs opaques.

Lorsque le moteur tourne, on reçoit après le filtre des impulsions lumineuses successivement aux deux longueurs d'ordre précédentes séparées par des instants d'obscurité.

Un deuxième filtre fixe (7) placé en série avec le premier élimine les longueurs d'onde du rayonnement visible qui auraient pu subsister.

Le faisceau est dirigé sur l'échantillon (8) par un deuxième miroir-plan (9). La lumière réfléchie (10) est focalisée par un miroir sphérique concave (11) sur un capteur photo-électrique (12) à cellule au sulfure de plomb. Le signal est transmis à l'appareil de mesure par l'intermédiaire d'un préamplificateur (13).

Après des amplifications successives, le signal est séparé en "signal de comparaison" et "signal de mesure" grâce à un discriminateur synchronisé avec le disque rotatif porte-filtre.

Une régulation incorporée permet au "signal de comparaison" d'être toujours converti en un courant constant de 5 mA. L'indication délivrée par l'appareil est le quotient du courant de mesure au courant de comparaison. Différentes sensibilités sont applicables selon le niveau du courant de mesure.

Cette méthode est une méthode de laboratoire et ne paraît pas encore appropriée à des mesures industrielles ou sur échantillons de tabacs bruts au moment des achats.

En tous cas, la détermination des taux d'humidité par ce procédé demande un étalonnage préalable pour chaque sorte d'échantillon à étudier. [17]

IV. CONCLUSIONS

Après avoir examiné les différentes méthodes pour la détermination du taux d'humidité du tabac ainsi que les nombreux procédés qui en dérivent, nous devons reconnaître que peu nombreux sont ceux que nous pouvons recommander comme répondant au problème que nous voulons résoudre, à savoir détermination précise et assez rapide de l'humidité d'échantillons de tabacs en feuilles de nature différente.

En effet, on assiste actuellement à un développement important de procédés indirects, c'est-à-dire qui se proposent de déterminer l'humidité de la matière à partir d'une caractéristique physique qui lui est liée et a priori plus facile à saisir.

La démarche d'esprit est jusque-là très normale. Mais la prolifération même de ces "méthodes nouvelles" est déjà un constat partiel d'échec: aucune n'est vraiment très valable, que ce soit les paramètres électriques simples tels que la résistance, la capacité ou l'angle de perte, ou bien des grandeurs physiques plus complexes telles que l'absorption neutronique, l'absorption énergétique des micro-ondes, la résonance nucléaire, l'absorption d'ondes infrarouges, etc..... toutes sont certes liées à l'humidité, mais également à de nombreux autres paramètres dont il est difficile de s'affranchir.

Aussi il n'est pas étonnant que tous les procédés dérivant de ces méthodes, tout en exigeant finalement des précautions manipulatoires relativement importantes, ne soient aptes qu'à ne délivrer une sortie "en rapport" avec l'humidité, disons corrélée avec elle, sans que le degré de liaison puisse être a priori fixé.

Ces procédés sont dans l'ensemble plus adaptés à la détermination des variations du taux d'humidité d'une chaîne de fabrication qui travaille dans des conditions permanentes sur un mélange constant. qu'à mesurer des humidités sur des échantillons successifs de nature différente.

Compte tenu de ces circonstances, il n'est pas étonnant finalement que la meilleure méthode pour déterminer le taux d'humidité, si l'on entend par meilleure méthode celle qui donne un résultat exact, au moins à l'approximation retenue, soit une méthode directe, c'est-à-dire dont le principe repose sur l'évacuation de l'eau et sa pesée.

Plusieurs procédés s'offrent à notre disposition, seules des questions de mode opératoire ou de conception technique les séparent.

TABLEAU SYNTHÉTIQUE DES MÉTHODES DE DÉTERMINATION DE L'HUMIDITÉ DANS LE TABAC

| Groupe de méthodes | Méthode | Type de procédés et d'appareillage (exemple) | Principe de mesure | Avantages (Analyses du point de vue des tabacs non manufacturés) | Inconvénients | Particularités d'équipement | Masse sur laquelle on opère | Débit des mesures | Personnel | Conclusions |
|--|--|---|---|---|---|--|---|---|--|---|
| Dessiccation de l'échantillon par chauffage et pesées (Procédés directs) | Etuves classiques | GAY-LUSSAC HEARSON | Séchage à température constante (de 50 à 105 °C) pendant plusieurs heures en enceinte thermostatée. | Nombreux échantillons traités simultanément. Méthode très classique. | Pas de résultat avant plusieurs heures. Variabilité du résultat selon la place dans l'enceinte. | Equipement assez encombrant et relativement onéreux, prévoir balance en sus | 10 g x n, n pouvant atteindre plusieurs dizaines. | n mesures en 2 à 6 h (selon conditions de température) | formé | Toujours utilisable mais peu commode "sur le tas". |
| | Etuve à pesée directe | BRAENDER ALBERTONI VALDE | Séchage à température constante de 0,5 à 1,5 h. Balance incorporée. | Etuves commodes pour des manipulations d'échantillons nombreux. | Temps de mesure encore assez élevé et non fixé à l'avance. | Encombrement moyen. Prix abordable. | 5 à 10 g x n n = 10 | n mesures en 0,30 à 1,30 h selon les cas | formé | A envisager pour des séries de mesures de routine. |
| | Sécheur à convection forcée | BEAUDESSON | Dessiccation en 5 mn par air chaud forcé à travers l'échantillon. Correction de température finale autour de 100 °C. | Séchage automatique (minuterie), peson gradué en % - rapidité d'une mesure. | Température de 100 °C peut être trop élevée pour certains tabacs. | Peson spécial livré avec le sécheur. Coupelles à fond tamis. | 10 g | 1 mesure/5mn | formé | A recommander pour mesures de routine sur échantillons variés. |
| | Chauffage par infrarouge | GALLIA ; CHEZZI ; HASLER | Séchage par rayonnement I. R. d'un échantillon placé sur une balance. | Permet de suivre l'évolution de la perte de poids au cours du temps. | Chauffage non homogène (croûte) Durée du séchage difficile à déterminer. | Appareil peut être muni d'une échelle de lecture directe en %. | 5 - 10 g | 1 mesure en 10 à 20 mn | formé | Des réserves sont à faire quant à la précision et à la reproductibilité du procédé. |
| | Chauffage à haute température à 170 °C | CARTER-SIMON CHOPIN | Séchage dans un tunnel à 170 °C. Séchage + contrôle par transformation de l'eau en C ₂ H ₂ | Séchage obtenu rapidement (5 à 10 mn) | Risques importants de décomposition thermique de certaines matières organiques. | CHOPIN : matériel peu encombrant, prix raisonnable, nécessite l'emploi de C ₂ Ca. | 5 g | 1 mesure en 10 mn | formé | A déconseiller pour des échantillons de nature différente à cause de la dispersion des résultats. |
| | Chauffage par micro-ondes | Etuve CSF | Chauffage par UHF - en quelques minutes. | Permet d'opérer sur des échantillons relativement importants. | La vitesse de séchage n'est pas constante, le zéro % est atteint asymptotiquement. | Il faut adjoindre un générateur UHF, équipement onéreux. | 10 à 100 g | 1 mesure en 10 mn environ | formé | A écarter à cause de son prix supérieur à 20 000 F. |
| Déshydratation à froid et pesée (procédé direct) | Séchage en exsiccateurs | Verrerie de laboratoire courante | Déshydratation en vase clos sur H ₂ SO ₄ , P ₂ O ₅ ou gel de silice. Pesées. | Matériel de coût réduit, possibilité de traiter simultanément plusieurs échantillons. | Mesure très longue (plusieurs jours au moins). Extraction souvent incomplète. | Equipement réduit autant qu'il est possible. | Arbitraire, de quelques grammes à quelques décagrammes. | Plusieurs dizaines de mes. à la fois. Mais attente de plusieurs jours | formé | Procédé non adapté à la mesure du taux d'humidité à l'achat |
| Extraction de l'eau et dosage par voie chimique ou physico-chimique. | Distillation azeotropique | Au Benzol | Entraînement de l'eau à la vapeur de benzol. Démixtion et lecture volumétrique dans tube gradué. | Mode opératoire précis. Mesure bien reproductible. Juste dans la plupart des cas. | Durée de l'opération élevée (3h). Nécessite un équipement de laboratoire peu mobile. | Equipement relativement bon marché. | 50 g | 1 mesure/3 h (2 h distill. + préparation) | qualifié | Bonne méthode de référence. Inutilisable pour la routine |
| | Dosage chimique indirect | KARL-FISCHER | Dosage indirect de l'eau en solution alcoolique par réduction de SO ₂ et I ₂ en présence de pyridine. Dosage par l'iode résiduel. | Précision d'un dosage chimique. Mesure rapide avec équipement automatisé. | Mode opératoire complexe. Nécessité de broyer, d'opérer sur un très petit échantillon. | Equipement de laboratoire déjà important. | 1 à 2 g | Quelques mn sur solutions préparées mais ajouter temps d'extraction | très qualifié | Utile dans certains cas au labo. A rejeter pour les autres cas. |
| | Dosage chimique indirect | TCHREVITINOV | Action de l'eau sur un composé de Grignard, dosé indirectement par dégagement gazeux. | Pas d'application | usuelle au tabac | Nécessité d'un appareillage approprié à une mesure gazeuse volumétrique | Quelques grammes. Opérer sur un extrait. | Mêmes contraintes que pour Karl-Fischer. | très qualifié | Sans application possible ailleurs qu'en laboratoire. |
| | Dosage chimique indirect | BERNARDINE | Décomposition de l'éthoxyde de barium par l'eau et titrage de l'alcalinité. | Pas d'application | usuelle au tabac | Nécessité d'un appareillage approprié au titrage. | Quelques grammes. Opérer sur un extrait. | Mêmes contraintes que pour Karl-Fischer. | qualifié | Sans application possible ailleurs qu'en laboratoire |
| Dosage physico-chimique par C ₂ Ca | RIEDEL de HARN | Transformation de l'eau en C ₂ H ₂ par C ₂ Ca dans une bombe. Lecture de la pression. Correction et calcul | Facile à mettre en oeuvre. Donne rapidement un ordre de grandeur. | Précision peu élevée. Nécessité de corriger de température. Dose les eaux selon leur état de liaison. | Equipement très rustique bon marché. | 5 g | Quelques minutes par mesure | Simplement entraîné (pas de pesée) | Peut s'envisager comme procédé "rustique" pour un contrôle rapide d'ordre de grandeur. | |

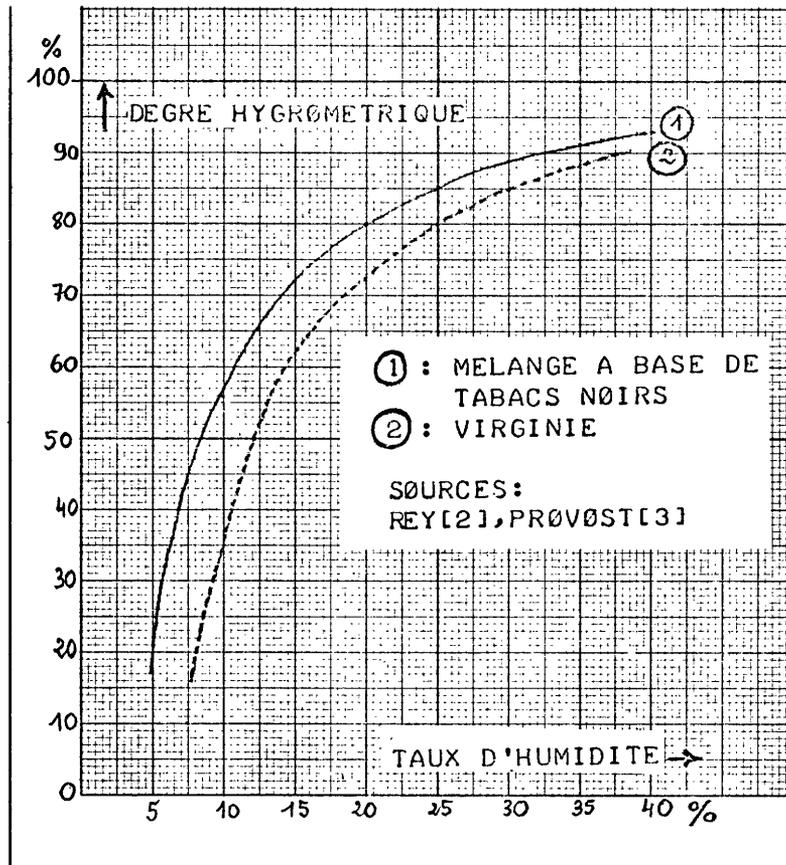
| Groupe de méthodes | Méthode | Type de procédés et d'appareillage (exemples) | Principe de mesure | Avantages (Analyses du point de vue des tabacs non manufacturés) | Inconvénients | Particularité d'équipement | Masse sur laquelle on opère | Débit des mesures | Personnel | Conclusions |
|--|---|--|--|---|--|--|--|---|---|--|
| Conversion fondée sur les propriétés électriques du matériau humide | Mesure de la résistance ohmique d'un échantillon sous conditions géométriques déterminées | Moisture meter TAG Electro.Psch.SIEMENS Humidimètre TESTRON Humidimètre FEUTRON Broches HYGROPEC | Prise en compte de la résistance chimique d'un échantillon de masse donnée, comprimé et placé dans des conditions géométriques déterminées ou dans lequel on enfonce une sonde à électrodes. | Rapidité de la mesure. Bonne liaison R (R) dans la plage sèche 12 - 18 %. Possibilité d'avoir des électrodes de formes et d'usage variés. | Nécessité de maîtriser les facteurs secondaires (température, taux de compression). Grande influence de la nature du matériau. Phénomènes de polarisation. | Equipements très variables depuis les plus "rustiques" jusqu'aux plus complexes selon le perfectionnement du pont de mesure. | De quelques dizaines de g à quelques centaines de grammes. | Une mesure par minute | formé | Peut s'envisager comme méthode très approximative pour évaluer l'humidité de balles (sondes broches). A rejeter pour des mesures précises. |
| | Id ^e par mesure de l'humidité de l'air en équilibre avec le tabac | Hygrometer SINA Humidimètre SAP | Capteur hygro-résistif se mettant en équilibre avec l'air au contact de la substance. | Facilité de mise en oeuvre. | Mesure doublement indirecte, donc très imprécise. | Equipement généralement polyvalent (matériaux divers) à étalonner. | Quelques grammes (au contact) | Quelques minutes (durée imprécise). | formé | Procédé à écarter : très imprécis. |
| | Mesure de capacité en H. F. Détermination de ϵ | Elektropech. LIPPKE Dekameter SLEVOGT RMK III HAUNI RYT 21 GAG | Echantillon placé comme diélectrique dans un pont de condensateurs. Mesure de la permittivité H. F. | Rapidité de la mesure. Bonne liaison sur matériaux "secs" (5 - 15 %). Pas de problème de résistance de contact comme ci-dessus. | Nécessité de travailler à masse et densité constantes. Correction de température obligatoire. Discontinuités dans la gamme (polarisations) | Equipements portatifs et à poste fixe. Perfectionnement de lecture et de conversion divers selon les constructeurs. | 10 à 200 g environ | Une mesure en 1 à 2 mn compte tenu de la préparation | formé | Nécessite des étalonnages préalables pour chaque espèce. A proscrire pour mesures sur tabacs non manufacturés. |
| | Id ^e ϵ et tg δ | HE 110 CGEI | Capteur plan contre le matériau placé dans un pont H. F. que l'on équilibre | Capteur plan permet d'opérer sous pression constante et notamment sur flux continu. | Etalonnage nécessaire selon les espèces. Correction de température obligatoire. | Prévu essentiellement pour mesure sur flux continu. | Plusieurs centaines de grammes. | 1 mesure en 30-40 sec. | formé | Même remarque que ci-dessus. |
| Mesure au moyen d'un paramètre physique lié à la teneur en eau (techniques nouvelles) (Citées pour information) | Spectrométrie infrarouge | Divers constructeurs spécialisés. | Absorption du rayonnement infrarouge dans la bande 3,5 μ sur un extrait aqueux en solution organique. | Automatisation possible pour des mesures de routine. | Manipulations préalables nombreuses. Précision limitée à 10 % en valeur relative. | Equipement coûteux et délicat. Etalonnage nécessaire. | Variable selon le taux d'humidité. Il est nécessaire de diluer l'extrait | Quelques minutes pour une mesure; mais préparation de l'extrait au préalable. | qualifié | Procédé réservé à de seules applications de laboratoire. |
| | Chromatographie en phase gazeuse. | Divers constructeurs spécialisés. | Détection de l'eau par thermo-conductivité sur un extrait organique fractionné en phase gazeuse sur colonne. | Approprié à des séries de mesures en laboratoire. | Manipulation préalable nécessaire. | Equipement coûteux et délicat. Etalonnage nécessaire. | De l'ordre de quelques grammes (+ 5) | Quelques minutes pour une mesure; mais préparation de l'extrait au préalable. | très qualifié | Procédé réservé à de seules applications en laboratoire. |
| | Rétrodiffusion neutronique | Sonde CEA-CSF | Ralentissement des neutrons rapides par l'hydrogène de l'eau et compage des neutrons lents qui en sont issus. | Très utile pour mesure dans massifs et colis importants. | Perturbation si le matériau contient des produits organiques (en fait approprié aux matières minérales). | L'équipement contient une source radio-active. | Plusieurs kg. | 1 mesure en quelques mn | très qualifié | A rejeter : procédé non approprié pour matières organiques |
| | Résonance magn. nucléaire | Divers constructeurs spécialisés. | Mesure de l'énergie el. magn. absorbée par noyau H dans un champ magnétique continu puissant (300 mT) mis en vibration à la fréquence de résonance par champ superposé. (16 MHz) | Insensible à la distribution de l'eau dans la matière. Permet de doser séparément l'eau suivant ses niveaux de liaison. | Résultats influencés par de nombreux facteurs parasites. Etalonnages et corrections nécessaires. | Equipement très onéreux au stade "laboratoire de Recherche". | Quelques dizaines de grammes | 1 mesure en quelques mn | très qualifié | A rejeter : technique de pointe non encore maîtrisée. |
| | Absorption énergétique des micro-ondes | Jauge MICROWAVE Inc PHILIPS PP 4730 X Humidimètre AEI | Absorption d'énergie UHF (2 à 10 GHz) variable en fonction de la teneur en eau. | Spécialement adapté à une mesure sur flux continu. | Etalonnage difficile. Dépend de la densité et de la nature du matériau. Influence importante de la température. | Equipement onéreux non adapté à des mesures sur échantillons variés. | Quelques dizaines de grammes (val. non fixée) | 5 à 10 mn/mes. y compris préparation. Très rapide si continu. | très qualifié | A rejeter : mesure influencée par trop de facteurs secondaires dont la nature des feuilles |
| Rétrodiffusion et absorption des rayons I. R. | Humidimètre PIER | Mesure d'absorption relative de rayonnement I. R. à deux longueurs d'ondes fixes dont l'une est spécialement absorbée en présence d'eau. | Mesure automatisable. | Etalonnage délicat. Dépend de divers facteurs secondaires (par exemple couleur) | Equipement "de laboratoire" assez onéreux. | Une dizaine de grammes (valeur non fixe). | Une mesure en quelques mn. | très qualifié | A rejeter : mise en oeuvre délicate. Dispersion élevée. | |

Remarque : La quasi-totalité des procédés décrits nécessite, outre l'équipement spécifique à chaque méthode et les appareils de pesée non incorporés s'il y a lieu, l'emploi d'un hachoir d'échantillons pour transformer les feuilles entières en scories (tabac coupé) lequel plus homogène se prête mieux au fractionnement et de ce fait à une mesure correcte.

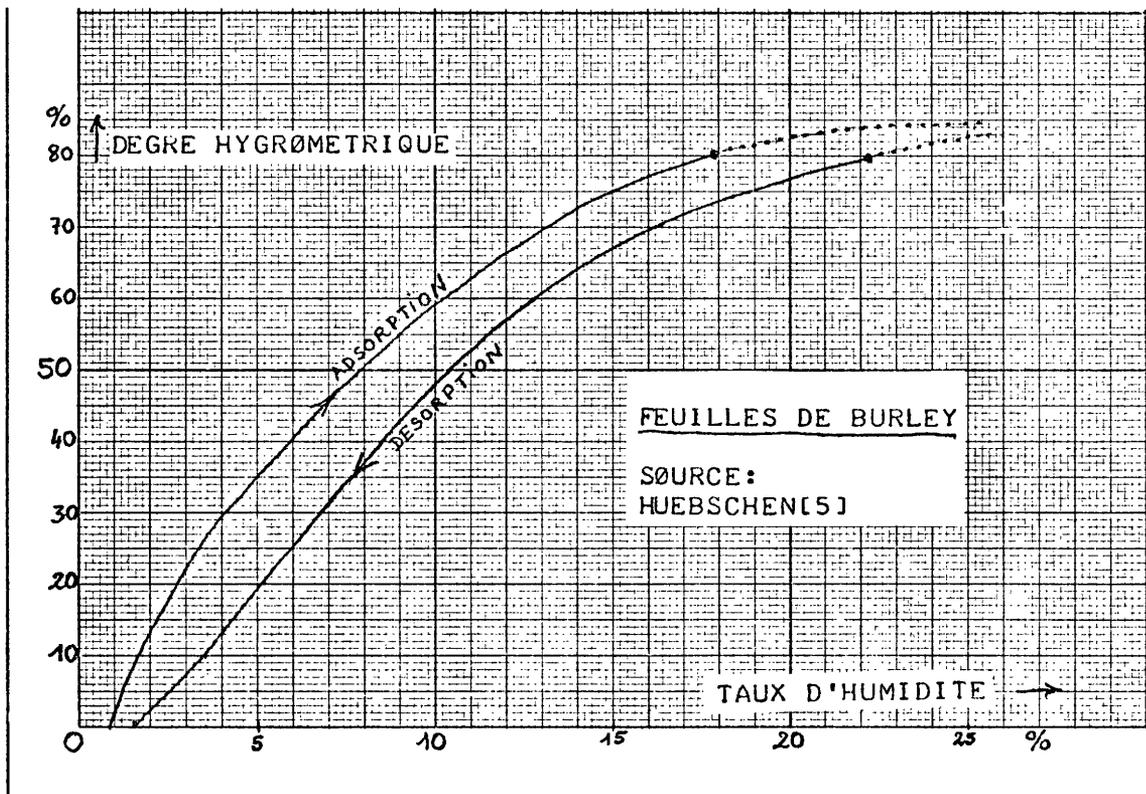
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1) H.U. MÜLLER Methoden zur Feuchtigkeitsbestimmung im Tabak - TTH Schriftenreihe n° 1 - Dec. 1957
- 2) A. PROVOST Technique du Tabac - Chapitre IV - Heliographia, Lausanne - 1959
- 3) G. CAVALLINI Determinazione dell'umidità dei prodotti organici ed inorganici - Il tabacco n° 694 - Mars 1960
- 4) M.V. BETHMANN, LIPP, VAN NOY Feuchtigkeitsbestimmung im Tabak - Beiträge zur Tabakforschung n° 1 - Janv. 1961
- 5) F. SEEHOFER Bindungszustände des Wassers im Tabak - Beiträge zur Tabakforschung n° 4 - Nov. 1961
- 6) P. WALZ and M. HAÜSERMANN Zur Bestimmung der Feuchtigkeit im Tabak - Beiträge zur Tabakforschung n° 9 - Dec. 1962
- 7) J. FLESSELLES et P. TISNES Comparaison de l'étude Beaudesson et de la distillation azéotrope - Annales du SEITA - 1963
- 8) Document A E I Microwave moisture meter - Tobacco nr 26 - Dec. 1963
- 9) M. STERU Conversion de l'humidité des solides en grandeurs électriques - "Mesures" n° 6 - 1964
- 10) PULLMANN, HOLLENBECK, GIBSON Measure of the moisture content of cut tobacco by means of microwave absorption - Tobacco Science-Dec.1965
- 11) R. HOCHSCHILD Microwave non destructive testing - Bulletin n° 1100 of Microw. Instr.C° (Corona del'Mar) - Janv. 1968
- 12) Document CSF-THOMSON Etuve de laboratoire à micro-ondes FVA 1213 - Juin 1969
- 13) L. HJERN und O. JÖNSSON Einige Erfahrungen... mit der Infrarotreflexion methode (XII.Tabak-Kolloquium)-Copenhague - Juin 1970
- 14) J. FLESSELLES La mesure du taux d'humidité du tabac - Exposé à l'AF CET - Octobre 1970
- 15) J. BILBROUGH La mesure d'humidité par la technique des micro-ondes - Communication à l'AF CET - Octobre 1970
- 16) M. STERU Procédés indirects de mesure électrique de l'humidité des matériaux basés sur divers phénomènes physiques AF CET - Octobre 1970
- 17) M. von BETHMANN et BÖTTCHER Feuchtigkeitsbestimmung mit der I.R.-methode - XIII. Tabak-Kolloquium - Bruxelles - Juin 1971
- 18) A.A. SHMUK Chemistry and Technology of Tobacco - Israel Program for Scientific Translation 1961 (National Science Foundation) Washington
- 19) H. BOROWSKI Die Hydroskopizität des Tabacs und Methoden zur Tabaksfeuchtigkeitsbestimmung Technisch-wissenschaftliche Schriftenreihe T.T.H. (N° 66. Juni 1968)
- 20) E. EBERIUS Wasserbestimmung mit Karl Fischer Lösung - Monographien zu "Angewandte Chemie" und "Chemie-Ingenieur Technik" - Verlag "Chemie GMBH" 1958
- 21) F.J.SCHULTZ et A.W. SPEARS Determination of Moisture in total Particulate Matter "Tobacco Science" - Volume X-1966, pag. 75-76
- 22) M. BROZINSKI Travaux des Laboratoires Martin Brinkmann A.G. Etude en cours non encore publiée (1972)

ANNEXE B - NOTE SUR L'HYGROSCOPICITE DES TABACS



EXEMPLE DE COURBES
D'EQUILIBRE HYGRØSCØPIQUE



EXEMPLE D'HYSTERESIS HYGRØSCØPIQUE

NOTE SUR L'HYGROSCOPICITE DES TABACS

Nous donnons ci-dessous les résultats essentiels concernant l'hygroscopicité des tabacs, c'est-à-dire les échanges d'eau entre le tabac manufacturé ou non et l'atmosphère ambiante.

Nous appelons degré hygrométrique ou humidité relative de l'air le rapport entre la pression partielle de la vapeur d'eau dans l'atmosphère considérée et la pression totale de vapeur saturante à la même température

$$H \% = 100 \frac{f}{F} \quad (H \text{ varie de } 0 \% \text{ à } 100 \%).$$

L'atmosphère est d'autant plus humide que son degré hygrométrique est élevé.

1°) Rappels des aspects théoriques

- 1) Le tabac est "hygroscopique", c'est-à-dire qu'il tend à perdre son eau en atmosphère sèche et à en gagner en atmosphère humide. Plus précisément pour chaque valeur du degré hygrométrique, il existe une valeur du taux d'humidité, dite taux d'humidité d'équilibre pour lequel le tabac est en équilibre hygroscopique avec l'atmosphère. L'ensemble des points correspondants s'appelle courbe d'équilibre.
- 2) Il y a une relation à peu près linéaire entre le degré hygrométrique de 35 % à 75 % et le logarithme de l'humidité du tabac [3].
- 3) La courbe d'équilibre dépend [1, 2, 3, 5]
 - . très fortement de la nature du tabac, c'est-à-dire de sa variété et également des traitements qu'il a subis (forme du séchage ou de la fermentation par exemple)
 - . dans une moindre mesure de la température ambiante.
- 4) Le processus des échanges est rendu complexe par suite de la présence du phénomène d'hystérésis: la courbe d'équilibre n'est pas la même selon que l'on considère le processus de sorption (absorption d'eau) ou le processus de désorption (dégagement d'eau). Il y a ainsi deux courbes : une de sorption, une de désorption isothermes [3, 5].

- 5) La vitesse des échanges, lors du séchage notamment (désorption), est constante lorsque le corps est totalement imprégné d'eau, varie exponentiellement dans une deuxième phase, puis à peu près proportionnellement à la différence $h - h_0$ lorsque l'humidité h n'est plus très éloignée de l'humidité d'équilibre h_0 [4].

2°) Conséquences pratiques

Lorsque l'on prélève un échantillon de tabac et qu'on le manipule afin de procéder à des déterminations de taux d'humidité, il y a lieu d'avoir présent à l'esprit que le taux d'humidité de l'échantillon est susceptible de varier avant ou pendant la mesure si l'on ne prend pas certaines précautions.

D'une façon générale, les risques de variation sont d'autant plus élevés que l'on manipulera un tabac dans des conditions hygrométriques éloignées de celles qui correspondent à l'équilibre avec son taux d'humidité actuel.

Exemples : Tabac en feuilles à 20 % d'humidité ou plus, de type air cured noir, en atmosphère sèche ou demi-sèche, par exemple inférieure à 60 % (Dans un local chauffé, l'hiver le degré hygrométrique peut descendre facilement à 40 % voire 30 %).

Tabac flue cured, en feuilles ou emballé (11 - 12 %) placé en atmosphère humide 80 % ou plus (Cas de pluie avec local ouvert sur l'extérieur).

Dans les deux cas ci-dessus, les taux d'humidité du tabac abandonné à l'air libre sont susceptibles de varier très vite : plus de 1% en quelques minutes !

Il y a donc lieu :

- . de toujours placer les échantillons sous sac étanche à l'air dès prélèvement,
- . Si l'on est dans des conditions hygrométriques anormales (éloignées de 60 - 65 %), d'effectuer tous les mélanges et randomisation les mains dans le sac,
- . D'opérer le plus rapidement possible pour hacher l'échantillon,
- . De recueillir le tabac haché au fur et à mesure de sa production et de le placer en récipient étanche (sacs ou bocaux à joint de caoutchouc),
- . Enfin de ne sortir les doses nécessaires aux déterminations d'humidité après préparation de l'échantillon qu'au fur et à mesure des besoins.

Références bibliographiques

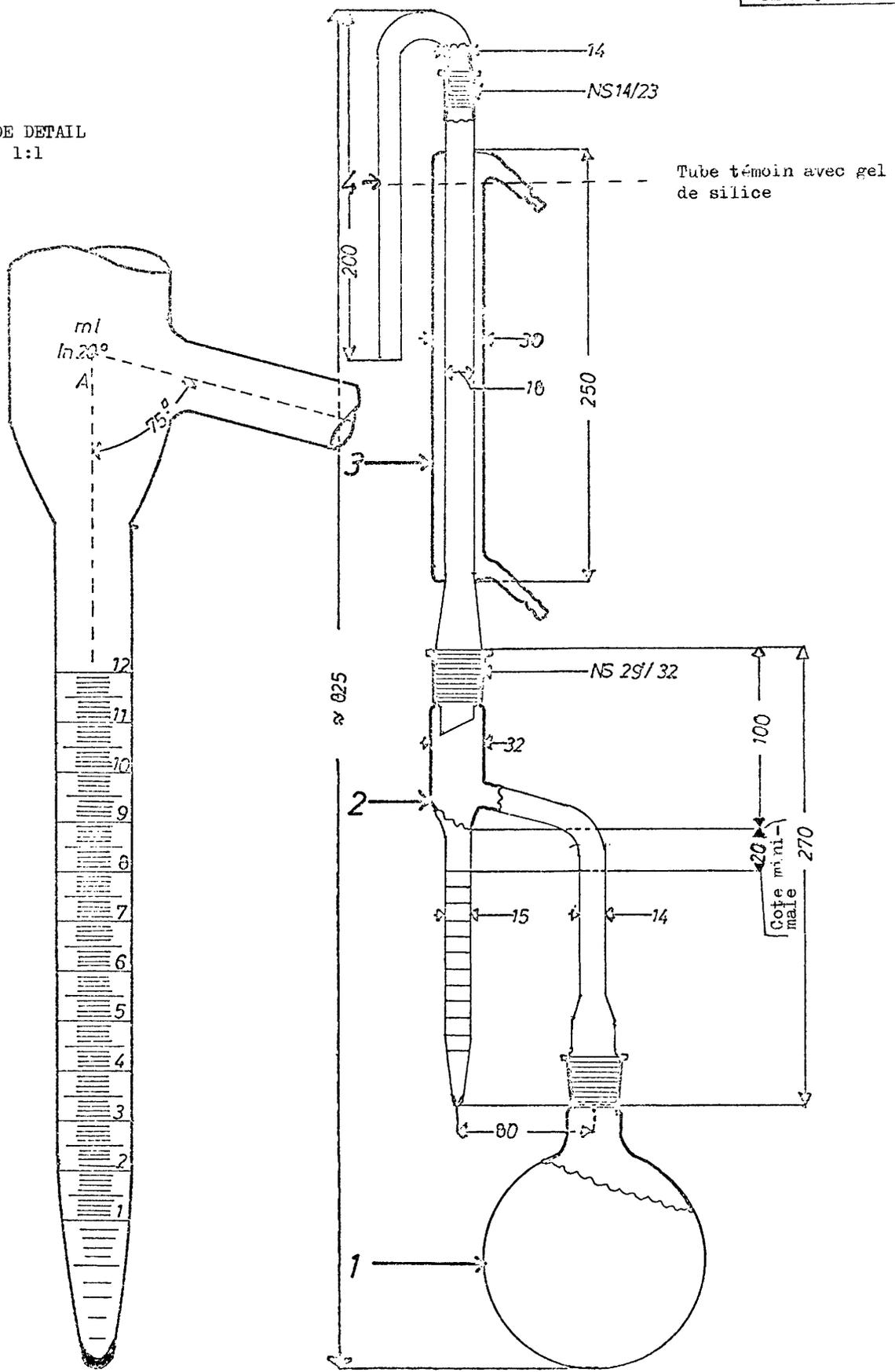
- | | | |
|-----|---------------|--|
| [1] | T. SCHLOESING | Mémorial des Manufactures de l'Etat - 1886 |
| [2] | P. REY | Cours de fabrication des Tabacs - Chap. I/VI - SEITA 1952 |
| [3] | A. PROVOST | Technique du Tabac - Chap. V - Heliographia (1959) Lausanne |
| [4] | F. BONNERIC | Limitation des échanges hygroscopiques entre le scaferlati et l'atmosphère .. ambiante - Annales SEITA n° 2 - 1964 |
| [5] | L. HÜBSCHEN | Über die Hygroscopizität des Tabaks - Beiträge zur Tabakforschung III/1 - 1965 |

ANNEXE C - DETERMINATION DE L'HUMIDITE DU TABAC PAR LA
DISTILLATION AZEOTROPIQUE AU BENZOL
METHODE DE REFERENCE

APPAREILLAGE - VUE D'ENSEMBLE
Ech : 1:3

Toutes cotes en mm.

VUE DE DETAIL
Ech : 1:1



DETERMINATION DE L'HUMIDITE DU TABAC PAR LA
DISTILLATION AZEOTROPIQUE AU BENZOL
METHODE DE REFERENCE

1 - Appareillage

On utilise un appareillage selon le schéma ci-joint, avec un rodage normalisé n° 29. L'appareillage comprend :

- a) Un ballon sphérique de 1 l,
- b) Un tube-recette pour la mesure, dont le réceptacle gradué a une capacité utile de 12 ml,
- c) Un réfrigérant ascendant de Liebig de 250 mm de haut,
- d) Un tube de protection rempli de gel bleu contre toute entrée d'humidité extérieure.

La partie graduée du réceptacle est à réétalonner avant la première mise en service, au moyen de pipettes (5 ml et 10 ml) calibrées par un Service officiel.

Au montage de l'appareil, on graisse très légèrement les raccords avec un peu de vaseline.

2 - Pesée

La dose à introduire est de 50 g. Si l'humidité dépasse 24 %, on doit réduire cette dose dans une proportion telle que l'eau recueillie au cours de la mesure sur l'échantillon ne dépasse pas la partie graduée.

Il est conseillé d'effectuer la pesée sur une balance équipée d'un dispositif de tarage incorporé, en plaçant directement la dose dans le ballon au moyen de pincettes à larges branches.

Il n'y a pas d'inconvénient, dans le cas de déterminations multiples, à effectuer les pesées en série l'une après l'autre. Cependant, dans ce cas, on doit, dès que les ballons ont reçu leur dose, les fermer avec un bouchon de plastique ou un bouchon rodé pour éviter des pertes d'humidité.

3 - Quantité de solvant

La dose à utiliser est de 350 ml de benzol. Pour respecter l'équilibre interne du système quant à son contenu en eau, on ne doit pas employer de benzol absolument anhydre (séjour prolongé en présence d'une quantité abondante de Ca Cl_2), mais au contraire utiliser du benzol à 50 - 100 mg d'eau par litre.

La teneur en eau du benzol est déterminée par titration de Karl-Fischer ; lors de la mesure sur ce témoin, on doit étendre le prélèvement d'un volume égal de méthanol pour améliorer les solubilités réciproques.

4 - Utilisation du ballon de 500 ml

De nombreux essais ont montré qu'il n'y a aucun inconvénient, lorsque cela est plus commode, à effectuer la détermination avec un ballon de 500 ml. En dehors de la taille du ballon, il n'y a rien d'autre de changé dans l'appareillage. On réduit simplement la dose de tabac à 40 g et la quantité de benzol à 250 ml.

5 - Distillation

On chauffe l'appareil, de préférence avec un chauffe-ballon électrique. La puissance de chauffe est à régler de façon que la vitesse de distillation soit de 30 ± 5 ml/mn.

On règle le débit du réfrigérant de manière que le seuil de condensation soit dans le tiers inférieur de la colonne.

Après un temps de distillation de 90 mn et en laissant encore le chauffage en fonctionnement, on coupe la circulation du réfrigérant deux fois pendant quelques instants, de manière qu'à la suite du réchauffage du réfrigérant le seuil de condensation s'élève en peu de temps jusqu'au tiers supérieur de la colonne. De la sorte, la plupart des petites gouttelettes d'eau qui se trouvent au-dessus du seuil de condensation sont chassées vers le bas.

Au cours d'une série d'analyses, on ne doit ni laver ni sécher les tubes réfrigérants, parce qu'un équilibre s'établit et que la quantité d'eau retenue alors dans le réfrigérant s'élève de façon constante à environ 35 mg.

6 - Lecture et calcul

Lorsque le temps de distillation est écoulé et que le chauffage a été coupé, on retire l'appareil du chauffe-ballon et on le démonte après environ 5 mn.

Les réceptacles de mesure sont placés verticalement sur un support approprié et l'on ajoute avec une spatule quelques granulés (1 mg environ) d'un agent mouillant solide.

Ensuite, on racle soigneusement les gouttes d'eau qui adhèrent aux parois dans la phase benzol, grâce au va-et-vient d'un fil replié dont l'extrémité est façonnée en forme de boucle (fil d'alliage V2A de 0,7 mm de diamètre).

La boucle doit avoir un diamètre correspondant au diamètre intérieur du tube de mesure et doit se prêter facilement au mouvement sans faire ressort. Cette boucle elle-même est légèrement inclinée vers le bas pour faciliter le raclage des parois.

L'addition de l'agent mouillant entraîne un aplatissement du ménisque correspondant à 0,1 ml. De la valeur de l'eau lue à $\pm 0,05$ ml, il faut donc retirer 0,1 ml.

La valeur obtenue, multipliée par 2, donne l'humidité en pour cent.

Si la dose introduite s'écarte de 50 g, on doit naturellement rapporter la masse d'eau recueillie à sa valeur effective.

Tous les résultats individuels doivent être donnés avec une précision de 0,1 %.

Pour éviter une adhérence prononcée des gouttelettes d'eau dans la partie du tube contenant du benzol, les nouveaux réceptacles doivent être nettoyés à fond à l'acide sulfochromique ou à l'Extran (Merck) avant leur première utilisation. Ce nettoyage est répété ultérieurement si nécessaire.

En général, il est suffisant de laver les tubes avec les moyens habituels. Il est recommandé de rincer ensuite les tubes propres à l'éthanol et de les sécher dans une armoire chauffante.

7 - Précautions à prendre

A cause des incidences sanitaires du benzol, tous les travaux doivent être exécutés sous une hotte. On doit en outre faire attention, lorsqu'on vide le benzol ou que l'on enlève le tabac du ballon, de ne pas en répandre sur les mains et de ne pas en respirer la vapeur.

Nota : Les grandes lignes de ces recommandations sont celles qui ont été adoptées lors de l'expérience collective. Ce texte, très complet, a été mis au point à partir de certaines observations faites au cours de l'expérience elle-même et contient donc des détails de manipulation qui précisent le mode opératoire jusque-là utilisé.

ANNEXE D - NOTE SUR L'ECHANTILLONNAGE DES TABACS EN FEUILLES
EN VUE DE LA DETERMINATION DE LEUR TAUX D'HUMIDITE

NOTE SUR L'ÉCHANTILLONNAGE DES TABACS EN FEUILLES
EN VUE DE LA DÉTERMINATION DE LEUR TAUX D'HUMIDITÉ

Etant donné un lot de tabacs en feuilles supposé a priori homogène sur le plan de la qualité (variété, grade) constitué par un certain nombre de balles, colis ou ballots, on peut se poser les deux questions suivantes soit isolément, soit simultanément :

- 1°) Quel est le taux d'humidité de l'ensemble du lot ?
- 2°) Entre quelles limites probables varie l'humidité des différents colis ?

Ces questions s'assortissent évidemment de la contrainte suivante : comment obtenir la meilleure information pour un coût minimal. En effet, l'information sera (au moins en principe) d'autant plus précise que le nombre de déterminations sera plus élevé. L'augmentation du nombre de déterminations s'accompagne d'une augmentation du coût de l'opération à peu près proportionnelle.

La solution à ces problèmes comporte deux aspects
celui de l'échantillonnage,
celui de la mesure.

La méthode à adopter est de ce fait différente selon que l'on se propose de répondre à une des questions plutôt qu'à une autre.

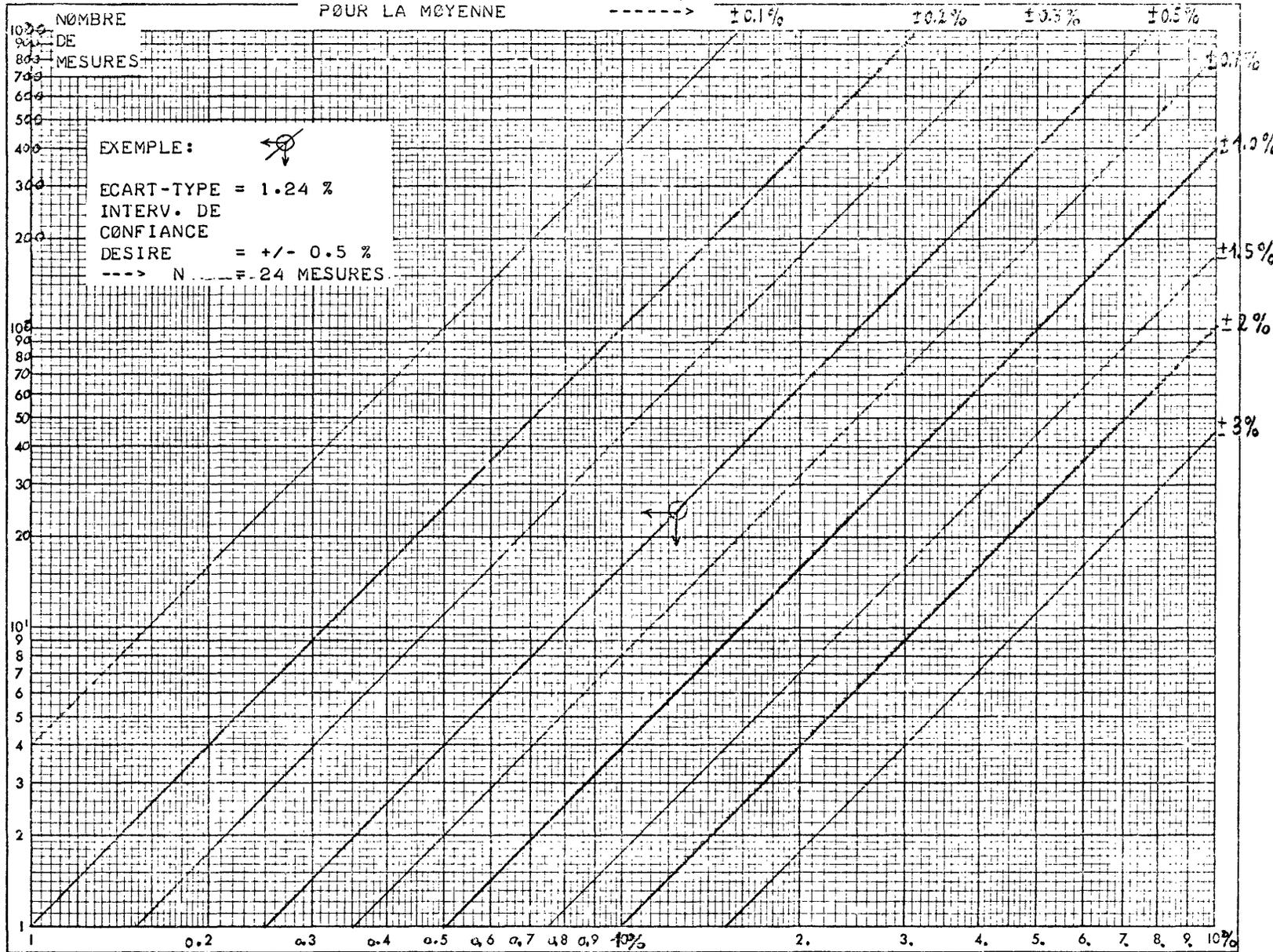
Supposons que l'on veuille d'abord répondre à la première question :

Taux d'humidité de l'ensemble du lot

Les observations effectuées au cours de l'expérience collective, ainsi que le bon sens, montrent que l'on peut abaisser considérablement le coût des déterminations en opérant comme suit :

Plutôt que de multiplier le nombre de déterminations sur de multiples prélèvements pour réduire l'incertitude, il faut stratifier le lot, homogénéiser le prélèvement, échantillonner celui-ci pour en rendre l'extrait représentatif et opérer sur un échantillon non biaisé, mais réduit.

INTERVALLE DE CŒNFiance (à 95%) POUR LA MOYENNE



a) Sur le plan théorique, ceci revient à éliminer la dispersion du lot dans la variance des mesures par constitution d'un échantillon adéquat.

La variance totale est alors principalement due à la variance du procédé de mesure qui, on l'a vu, peut être très réduite (environ 0,15 à 0,20 % pour le σ).

Le taux d'humidité de l'ensemble du lot peut être connu avec une précision fixée à l'avance grâce à un nombre de mesures n qui peut se calculer aisément.

Exemple : Supposons que $\sigma = 0,2 \%$ (écart-type du procédé).

Si nous voulons connaître le taux d'humidité moyen à $\pm 0,1 \%$ près, par exemple avec une probabilité de 95 %, il faudra effectuer n mesures, n étant tel que

$$0.1 = 2 \times \frac{0.2}{\sqrt{n}} \quad (2 \text{ écarts-types sur la moyenne})$$

Soit $n = \left(\frac{0.4}{0.1}\right)^2 = 16 \rightarrow 16$ mesures donneront la précision souhaitée.

Bien entendu, ce calcul est fait sous l'hypothèse que la randomisation est parfaite et qu'il n'y a plus aucune dispersion d'échantillonnage. (En pratique on peut parvenir à une situation presque parfaite). Pour tenir compte du résidu de dispersion liée à l'échantillonnage, on pourra par exemple aller jusqu'à 20 mesures.

On aura d'ailleurs a posteriori les limites de confiance du taux d'humidité calculé \hat{h} à partir des mesures, par la formule suivante

$$\hat{h} = \bar{h} \pm t_{\alpha} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}}$$

s : écart-type calculé des mesures individuelles

n : nombre de mesures

t_{α} : coefficient pour les déterminations de la moyenne (loi de Student)

$t_{\alpha} \approx 2$ si $n > 15$ à 95 % de probabilité.

Un abaque, comme celui donné en exemple permet d'éviter tout calcul, en adoptant $t_{\alpha} = 2$.

b) Sur le plan pratique : Cette méthodologie, vivement à recommander se traduira par les opérations suivantes :

1) Stratification du lot : Prélever dans chaque balle, ou chaque colis, un nombre de feuilles proportionnel à leurs poids respectifs (si les colis sont de poids égaux ou voisins ces nombres seront égaux).

Le nombre de feuilles doit être suffisant pour représenter le colis correctement.

Il y a lieu de prélever au moins

1 feuille de bordure

1 feuille de coeur

1 feuille intermédiaire.

Naturellement, il y a tout intérêt à multiplier ces prélèvements dans plusieurs parties de la balle.

De façon générale, il faut stratifier le lot de façon d'autant plus poussée que celui-ci est supputé hétérogène.

- 2) Homogénéisation : On mélange toutes les feuilles prélevées, par exemple dans un sac en matière plastique et l'on procède à un hachage (quelques kilogrammes).
Ce hachage peut être grossier, mais il est nécessaire.
Il est donc important que les Centres d'achat disposent de hachoirs à échantillons.

- 3) Extraction : Après hachage, on mélange très soigneusement le tabac haché et l'on extrait par "randomisation" un échantillon représentatif. L'expérience montre qu'à condition d'être bien menée (randomisation par petites doses prélevées sur l'ensemble du lot étalé sur une toile par exemple), on peut réduire facilement un échantillon au 1/50 voire au 1/100, par exemple représenter 10 kg par 100 g.

- 4) Mesures : On effectue les mesures sur la totalité du prélèvement ainsi réduit, en prenant des précautions pour que :
 - il n'y ait pas de variations d'humidité (récipient ou sac étanche),
 - il n'y ait pas destruction de l'homogénéité par décantation (débris).

D'expérience, nous assurons que cette méthode, qui peut paraître lourde, assure le maximum de précision pour le minimum de mesures.

Si l'on a à résoudre la deuxième question, à savoir estimer la dispersion entre colis (ou entre planteurs, ou entre lots), il convient de procéder comme suit :

- 1) Considérer chaque colis (chaque unité) comme un "lot" du point de vue des mesures et le caractériser par un échantillon préparé (de façon allégée s'il y a lieu), comme indiqué dans le paragraphe précédent.

Soit \bar{h}_i le taux d'humidité moyen du lot i .

- 2) Calculer σ à partir des n valeurs moyennes h_i des lots i .
Dans ce cas, le nombre de mesures nécessaires pour calculer chaque \bar{h}_i peut être réduit, par exemple 5.

La dispersion de la livraison est donnée par la formule

$$\sigma^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\bar{h}_i - \bar{h})^2 \quad \text{avec } \bar{h} = \frac{1}{n} \sum \bar{h}_i$$

En pratique, on s'attache souvent à connaître la moyenne d'un lot représenté par un certain nombre de balles et à obtenir parallèlement des informations sur la dispersion du lot. Il convient de faire un compromis entre la méthode 1 et la méthode 2, en fonction de l'importance relative que l'on attache à la connaissance de ces deux paramètres et du coût des mesures que l'on peut consentir.

Informations internes sur L'AGRICULTURE

| | | Date | Langues |
|-------|--|---------------|--------------------------------------|
| N° 1 | Le boisement des terres marginales | juin 1964 | F ⁽¹⁾ D ⁽¹⁾ |
| N° 2 | Répercussions à court terme d'un alignement du prix des céréales dans la CEE en ce qui concerne l'évolution de la production de viande de porc, d'œufs et de viande de volaille | juillet 1964 | F ⁽¹⁾ D ⁽¹⁾ |
| N° 3 | Le marché de poissons frais en république fédérale d'Allemagne et aux Pays-Bas et les facteurs qui interviennent dans la formation du prix du hareng frais | mars 1965 | F ⁽¹⁾ D ⁽¹⁾ |
| N° 4 | Organisation de la production et de la commercialisation du poulet de chair dans les pays de la CEE | mai 1965 | F ⁽¹⁾ D ⁽¹⁾ |
| N° 5 | Problèmes de la stabilisation du marché du beurre à l'aide de mesures de l'Etat dans les pays de la CEE | juillet 1965 | F D |
| N° 6 | Méthode d'échantillonnage appliquée en vue de l'établissement de la statistique belge de la main-d'œuvre agricole | août 1965 | F ⁽¹⁾ D ⁽²⁾ |
| N° 7 | Comparaison entre les « trends » actuels de production et de consommation et ceux prévus dans l'étude des perspectives « 1970 » 1. Produits laitiers 2. Viande bovine 3. Céréales | juin 1966 | F ⁽¹⁾ D |
| N° 8 | Mesures et problèmes relatifs à la suppression du morcellement de la propriété rurale dans les Etats membres de la CEE | novembre 1965 | F ⁽¹⁾ D |
| N° 9 | La limitation de l'offre des produits agricoles au moyen des mesures administratives | janvier 1966 | F D |
| N° 10 | Le marché des produits d'œufs dans la CEE | avril 1966 | F ⁽¹⁾ D ⁽¹⁾ |
| N° 11 | Incidence du développement de l'intégration verticale et horizontale sur les structures de production agricole – Contributions monographiques | avril 1966 | F ⁽¹⁾ D |
| N° 12 | Problèmes méthodologiques posés par l'établissement de comparaisons en matière de productivité et de revenu entre exploitations agricoles dans les pays membres de la CEE | août 1966 | F ⁽¹⁾ D |
| N° 13 | Les conditions de productivité et la situation des revenus d'exploitations agricoles familiales dans les Etats membres de la CEE | août 1966 | F D |
| N° 14 | Situation et tendances des marchés mondiaux des principaux produits agricoles – « bovins – viande bovine » | août 1966 | F D |
| N° 15 | Situation et tendances des marchés mondiaux des principaux produits agricoles – « sucre » | février 1967 | F D ⁽¹⁾ |
| N° 16 | Détermination des erreurs lors des recensements du bétail au moyen de sondages | mars 1967 | F ⁽¹⁾ D ⁽³⁾ |

(1) Epuisé.

(2) La version allemande est parue sous le n° 4/1963 de la série « Informations statistiques » de l'Office statistique des Communautés européennes.

(3) La version allemande est parue sous le n° 2/1966 de la série « Informations statistiques » de l'Office statistique des Communautés européennes.

| | | Date | Langues |
|-------|--|----------------|-----------------------|
| N° 17 | Les abattoirs dans la CEE I. Analyse de la situation | juin 1967 | F D |
| N° 18 | Les abattoirs dans la CEE II. Contribution à l'analyse des principales conditions de fonctionnement | octobre 1967 | F D |
| N° 19 | Situation et tendances des marchés mondiaux des principaux produits agricoles – « produits laitiers » | octobre 1967 | F D ⁽¹⁾ |
| N° 20 | Les tendances d'évolution des structures des exploitations agricoles – Causes et motifs d'abandon et de restructuration | décembre 1967 | F D |
| N° 21 | Accès à l'exploitation agricole | décembre 1967 | F D |
| N° 22 | L'agrumiculture dans les pays du bassin méditerranéen – Production, commerce, débouchés | décembre 1967 | F D |
| N° 23 | La production de produits animaux dans des entreprises à grande capacité de la CEE – Partie I | février 1968 | F D |
| N° 24 | Situation et tendances des marchés mondiaux des principaux produits agricoles – « céréales » | mars 1968 | F D |
| N° 25 | Possibilités d'un service de nouvelles de marchés pour les produits horticoles non-comestibles dans la CEE | avril 1968 | F D |
| N° 26 | Données objectives concernant la composition des carcasses de porcs en vue de l'élaboration de coefficients de valeur | mai 1968 | F D |
| N° 27 | Régime fiscal des exploitations agricoles et imposition de l'exploitant agricole dans les pays de la CEE | juin 1968 | F D |
| N° 28 | Les établissements de stockage de céréales dans la CEE – Partie I | septembre 1968 | F D |
| N° 29 | Les établissements de stockage de céréales dans la CEE – Partie II | septembre 1968 | F D |
| N° 30 | Incidence du rapport des prix de l'huile de graines et de l'huile d'olive sur la consommation de ces huiles | septembre 1968 | F D |
| N° 31 | Points de départ pour une politique agricole internationale | octobre 1968 | F D |
| N° 32 | Volume et degré de l'emploi dans la pêche maritime | octobre 1968 | F D |
| N° 33 | Concepts et méthodes de comparaison du revenu de la population agricole avec celui d'autres groupes de professions comparables | octobre 1968 | F D |
| N° 34 | Structure et évolution de l'industrie de transformation du lait dans la CEE | novembre 1968 | F D |
| N° 35 | Possibilités d'introduire un système de gradation pour le blé et l'orge produits dans la CEE | décembre 1968 | F D |
| N° 36 | L'utilisation du sucre dans l'alimentation des animaux – Aspects physiologiques, technologiques et économiques | décembre 1968 | F D |

(1) Epuisé.

| | | Date | Langues |
|-------|---|----------------|-----------------------|
| N° 37 | La production de produits animaux dans des entreprises à grande capacité de la CEE – Partie II | février 1969 | F D |
| N° 38 | Examen des possibilités de simplification et d'accélération de certaines opérations administratives de remembrement | mars 1969 | F D |
| N° 39 | Evolution régionale de la population active agricole – I : Synthèse | mars 1969 | F D |
| N° 40 | Evolution régionale de la population active agricole – II : R.F. d'Allemagne | mars 1969 | F D |
| N° 41 | Evolution régionale de la population active agricole – III : Bénélux | avril 1969 | F D |
| N° 42 | Evolution régionale de la population active agricole – IV : France | mai 1969 | F |
| N° 43 | Evolution régionale de la population active agricole – V : Italie | mai 1969 | F D |
| N° 44 | Evolution de la productivité de l'agriculture dans la CEE | juin 1969 | F D en prép. |
| N° 45 | Situation socio-économique et perspectives de développement d'une région agricole déshéritée et à déficiences structurelles – Etude méthodologique de trois localités siciliennes de montagne | juin 1969 | F I ⁽¹⁾ |
| N° 46 | La consommation du vin et les facteurs qui la déterminent – R.F. d'Allemagne | juin 1969 | F D |
| N° 47 | La formation de prix du hareng frais dans la Communauté économique européenne | août 1969 | F D |
| N° 48 | Prévisions agricoles – I : Méthodes, techniques et modèles | septembre 1969 | F D |
| N° 49 | L'industrie de conservation et de transformation de fruits et légumes dans la CEE | octobre 1969 | F D |
| N° 50 | Le lin textile dans la CEE | novembre 1969 | F D |
| N° 51 | Conditions de commercialisation et de formation des prix des vins de consommation courante au niveau de la première vente – Synthèse, R.F. d'Allemagne, G.D. de Luxembourg | décembre 1969 | F en prép. D |
| N° 52 | Conditions de commercialisation et de formation des prix des vins de consommation courante au niveau de la première vente – France, Italie | décembre 1969 | F D en prép. |
| N° 53 | Incidences économiques de certains types d'investissements structurels en agriculture – Remembrement, irrigation | décembre 1969 | F D |
| N° 54 | Les équipements pour la commercialisation des fruits et légumes frais dans la CEE – Synthèse, Belgique et G.D. de Luxembourg, Pays-Bas, France | janvier 1970 | F |

(¹) Cette étude n'est pas disponible en langue allemande.

| | | Date | Langues |
|-------|--|----------------|-----------------|
| N° 55 | Les équipements pour la commercialisation des fruits et légumes frais dans la CEE – R.F. d'Allemagne, Italie | janvier 1970 | F |
| N° 56 | Agriculture et politique agricole de quelques pays de l'Europe occidentale I. Autriche | mars 1970 | F D |
| N° 57 | Agriculture et politique agricole de quelques pays de l'Europe occidentale II. Danemark | avril 1970 | F D |
| N° 58 | Agriculture et politique agricole de quelques pays de l'Europe occidentale III. Norvège | avril 1970 | F D |
| N° 59 | Constatation des cours des vins de table à la production I. France et R.F. d'Allemagne | mai 1970 | F D en prép. |
| N° 60 | Orientation de la production communautaire de viande bovine | juin 1970 | F D en prép. |
| N° 61 | Evolution et prévisions de la population active agricole | septembre 1970 | F D |
| N° 62 | Enseignements à tirer en agriculture d'expérience des «Revolving funds» | octobre 1970 | F D |
| N° 63 | Prévisions agricoles II. Possibilités d'utilisations de certains modèles, méthodes et techniques dans la Communauté | octobre 1970 | F D |
| N° 64 | Agriculture et politique agricole de quelques pays de l'Europe occidentale IV. Suède | novembre 1970 | F D |
| N° 65 | Les besoins en cadres dans les activités agricoles et connexes à l'agriculture | décembre 1970 | F D |
| N° 66 | Agriculture et politique agricole de quelques pays de l'Europe occidentale V. Royaume-Uni | décembre 1970 | F D |
| N° 67 | Agriculture et politique agricole de quelques pays de l'Europe occidentale VI. Suisse | décembre 1970 | F D |
| N° 68 | Formes de coopération dans le secteur de la pêche I. Synthèse, R.F. d'Allemagne, Italie | décembre 1970 | F D en prép. |
| N° 69 | Formes de coopération dans le secteur de la pêche II. France, Belgique, Pays-Bas | décembre 1970 | F D en prép. |
| N° 70 | Comparaison entre le soutien accordé à l'agriculture aux Etats-Unis et dans la Communauté | janvier 1971 | F D |
| N° 71 | Agriculture et politique agricole de quelques pays de l'Europe occidentale VII. Portugal | février 1971 | F D |
| N° 72 | Possibilités et conditions de développement des systèmes de production agricole extensifs dans la CEE | avril 1971 | F D |
| N° 73 | Agriculture et politique agricole de quelques pays de l'Europe occidentale VIII. Irlande | mai 1971 | F en prép. D |

| | | Date | Langues |
|-------|--|----------------|---|
| N° 74 | Recherche sur les additifs pouvant être utilisés comme révélateurs pour la matière grasse butyrique | mai 1971 | F ⁽¹⁾ D en prép. ⁽¹⁾ |
| N° 75 | Constatation de cours des vins de table II. Italie, G.D. de Luxembourg | mai 1971 | F D en prép. |
| N° 76 | Enquête auprès des consommateurs sur les qualités de riz consommées dans la Communauté | juin 1971 | F D I |
| N° 77 | Surfaces agricoles pouvant être mobilisées pour une réforme de structure | août 1971 | F D en prép. |
| N° 78 | Problèmes des huileries d'olive Contribution à l'étude de leur rationalisation | octobre 1971 | F I en prép. |
| N° 79 | Gestion économique des bateaux pour la pêche à la sardine – Recherche des conditions optimales – Italie, Côte Méditerranéenne française I. Synthèse | décembre 1971 | F I |
| N° 80 | Gestion économique des bateaux pour la pêche à la sardine – Recherche des conditions optimales – Italie, Côte Méditerranéenne française II. Résultats des enquêtes dans les zones de pêche | décembre 1971 | F I |
| N° 81 | Le marché foncier et les baux ruraux – Effets des mesures de réforme des structures agricoles I. Italie | janvier 1972 | F D en prép. |
| N° 82 | Le marché foncier et les baux ruraux – Effets des mesures de réforme des structures agricoles II. R.F. d'Allemagne, France | janvier 1972 | F D en prép. |
| N° 83 | Dispositions fiscales en matière de coopération et de fusion d'exploitations agricoles I. Belgique, France, G.D. de Luxembourg | février 1972 | F |
| N° 84 | Dispositions fiscales en matière de coopération et de fusion d'exploitations agricoles II. R.F. d'Allemagne | février 1972 | D |
| N° 85 | Dispositions fiscales en matière de coopération et de fusion d'exploitations agricoles III. Pays-Bas | février 1972 | N |
| N° 86 | Agriculture et politique agricole de quelques pays de l'Europe occidentale IX. Finlande | avril 1972 | F en prép. D |
| N° 87 | Recherche sur les incidences du poids du tubercule sur la floraison du dahlia | mai 1972 | F D en prép. |
| N° 88 | Le marché foncier et les baux ruraux – Effets des mesures de réforme des structures agricoles III. Pays-Bas | juin 1972 | F |
| N° 89 | Agriculture et politique agricole de quelques pays de l'Europe occidentale X. Aperçu synthétique | Septembre 1972 | F en prép. D |

(1) Etude adressée uniquement sur demande.

| | Date | Langues |
|-------|----------------|-----------------|
| N° 90 | Septembre 1972 | F D en prép. |
| N° 91 | Octobre 1972 | F D en prép. |

Handwritten marks and scribbles in the top right corner.