



DIRECTION GÉNÉRALE DES PRODUITS DE SANTÉ ET DES ALIMENTS

OTTAWA

MESURE DE L'ACTIVITÉ DE L'EAU (a_w) AU MOYEN DU CENTRE a_w DE NOVASINA

Patti Wilson
Agence canadienne d'inspection des aliments
Case postale 1060,
1992, rue Baffin
Dartmouth (N.-É.)
B2Y 3Z7

E-mail: wilsonpa@inspection.gc.ca

1. APPLICATION

Cette méthode peut servir à déterminer l'activité de l'eau (a_w) des aliments afin de déterminer s'ils sont conformes aux exigences des articles 4 et 7 de la Loi sur les aliments et drogues. Cette version révisée remplace la méthode MFLP-63 datée d'avril 1999.

2. DESCRIPTION

Le centre a_w de Novasina est constitué d'un poste de mesure et d'une boîte a_w à température contrôlée dotée de trois capteurs. Des études ont démontré que le centre a_w de Novasina donne des résultats satisfaisants pour mesurer l'activité de l'eau dans les aliments (8.2, 8.4 et 8.6).

3. PRINCIPE

L'activité de l'eau joue un rôle important dans la préservation des aliments et le contrôle de la prolifération microbienne, particulièrement des agents pathogènes. Le centre a_w de Novasina mesure l'humidité d'équilibre relative en % rh, qui est liée directement à l'activité de l'eau selon la formule suivante : $a_w = ERH/100$.

4. DÉFINITION DES TERMES

4.1 Voir l'annexe A du volume 3.

- 4.2 activité de l'eau (a_w) : rapport de la tension de vapeur d'eau dans tout système alimentaire sur la tension de vapeur d'eau de l'eau pure à la même température.
- 4.3 équilibrage : un changement de la lecture de a_w qui est $\leq \pm 0,001 a_w$ en dix minutes.
- 4.4 étalon d'humidité : solution saturée d'un sel dont on connaît l'humidité relative en % à une température donnée.

5. PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS

- 5.1 Voir l'annexe B du volume 3.
- 5.2 Garder les échantillons scellés pour éviter qu'ils perdent ou gagnent de l'humidité au cours du transport.

6. MATÉRIEL ET ÉQUIPEMENTS SPÉCIAUX

Note: Le surveillant du laboratoire doit veiller à ce que l'analyse décrite dans la présente méthode est effectuée conformément à la norme internationale « ISO/IEC 17025 :2005 (ou la dernière révision): Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais ».

- 6.1 Centre a_w de Novasina (disponible de Novasina AG, une division de Axair Ltée, Pfäffikon, Suisse, ou de Contrôles JEB Inc., Kirkland (Québec)),
- 6.2 Étalon témoin d'humidité de Novasina (disponible de Novasina AG, une division de Axair Ltée, Pfäffikon, Suisse ou de Contrôles JEB Inc., Kirkland (Québec)),
- 6.3 Bols a_w jetables (disponibles de Novasina AG, une division de Axair Ltée, Pfäffikon, Suisse ou de Contrôles JEB Inc., Kirkland (Québec)),
- 6.4 Pré-filtres (disponibles de Novasina AG, une division de Axair Ltée, Pfäffikon, Suisse ou de Contrôles JEB Inc., Kirkland (Québec)).

7. MARCHE À SUIVRE

7.1 Manipulation des unités d'échantillonnage

- 7.1.1 Avant de procéder à l'analyse au laboratoire, sauf dans le cas des aliments stables à température de la pièce, garder les unités d'échantillonnage au réfrigérateur ou au congélateur, selon la nature du produit. Faire décongeler les échantillons congelés dans un réfrigérateur, ou pendant une période et à une température qui préviennent la perte d'humidité.
- 7.1.2 Analyser les unités d'échantillonnage aussitôt que possible après leur réception au laboratoire.

7.2 Étalonnage

- 7.2.1 Avant l'étalonnage, préparer le centre de Novasina en procédant de la façon suivante :

- 1) Ouvrir l'alimentation et laisser l'instrument fonctionner pendant au moins deux heures.
- 2) Régler le cadran de température à 190 (25°C) et s'assurer que la température se maintient.
- 3) Placer les interrupteurs RTD-24 en position «S».
- 4) Retirer le pré-filtre de chaque capteur (voir méthodes d'entretien).

7.2.2 Pour décider quel étalon d'humidité à utiliser dans le cas des points supérieur et inférieur, il faut évaluer la plage prévue d'humidité de l'échantillon et choisir une plage d'étalon d'humidité qui comportera cette valeur. Seuls les échantillons qui se situent dans la plage des points supérieur et inférieur peuvent avoir une valeur numérique plutôt que > au point supérieur ou < au point inférieur.

Pour une analyse de routine d'aliments, utiliser le SEL-75 comme point inférieur et le SEL-98 comme point supérieur.

Si vous utilisez plus d'un étalon d'humidité avec la même activité d'eau, il faut dédier un étalon d'humidité à un capteur et l'identifier.

7.2.3 Il y a deux façons de procéder à l'étalonnage : en utilisant les valeurs factices intégrées (voir le Manuel d'utilisation du centre de Novasina) ou en utilisant la méthode D-Pot (voir l'annexe 4). Lorsqu'on dispose d'un seul câble D-Pot, il y aura des branchements et des débranchements à effectuer pour étalonner les trois capteurs en même temps.

7.2.4 L'ajustement de la plage inférieure est facultatif et il faut l'effectuer après celui des plages intermédiaire et supérieure. Utiliser le SEL-53 à cette fin.

7.2.5 Pour vérifier la linéarité de l'étalonnage, mesurer l'activité a_w de quatre étalons d'humidité avec chaque capteur et calculer une ligne de régression (voir l'annexe 2). Les sels utilisés devraient englober les points supérieur et inférieur et deux points entre les deux (voir l'annexe 3 pour une sélection de sels). Il faut dédier un étalon d'humidité à un capteur lorsque plus qu'un étalon d'humidité a la même activité de l'eau.

Utiliser la fiche d'étalonnage à l'annexe 1 pour consigner l'étalonnage et les données de la ligne de régression.

7.2.6 Installer des pré-filtres neufs devant chaque capteur.

7.3 Validation des étalons d'humidité

7.3.1 Pour déterminer la reproductibilité ou la variation des étalons d'humidité, il faut prendre 20 mesures quotidiennes d'activité de l'eau a_w de chaque étalon d'humidité pour chaque capteur en utilisant l'étalon dédié au capteur en question et les consigner sur une chartre de contrôle de Novasina. Dans le cas des étalons d'humidité fournis par Novasina, les limites supérieure et inférieure ne devraient pas dépasser de $\pm 0,005$ la valeur figurant sur l'étiquette, qui constitue la valeur déclarée par Novasina.

7.3.2 Pour déterminer l'exactitude d'un étalon d'humidité non certifié, il faut utiliser une méthode indépendante de la méthode d'étalonnage afin de procéder à une vérification significative de l'étalon.

Il y a plusieurs façons possibles de procéder :

- 1) Envoyer des échantillons à l'aveugle à une autre laboratoire de l'ACIA pour les faire vérifier sur le même type d'appareil a_w .
- 2) Tester des échantillons à l'aveugle sur un appareil différent de celui que vous utilisez.
- 3) Envoyer des échantillons à l'aveugle à un laboratoire d'étalonnage externe pour qu'il homologue les étalons.

Les étalons d'humidité homologués sont préférables s'ils sont disponibles.

7.4 Préparation des chartres de contrôle

- 7.4.1 Préparer des chartres de contrôle de la qualité en utilisant du papier graphique ou un logiciel. Déterminer les limites acceptables des étalons d'humidité (voir 7.3.1).
- 7.4.2 Déterminer les limites supérieure et inférieure des étalons d'humidité qui seront utilisés (habituellement SEL-90 et SEL-98) en utilisant les données produites en 7.3.1. Après avoir effectué 20 lectures, calculer la moyenne et l'écart-type pour chaque capteur et chaque étalon d'humidité. Utiliser ces données pour déterminer les limites supérieure et inférieure où les limites d'avertissement supérieure et inférieure sont égales à 1,5 écart-type et les limites témoins supérieure et inférieure sont égales à 2 écarts-types.

7.5 Détermination de l'état de préparation du centre A_w

- 7.5.1 Les étalons d'humidité qui servent à déterminer si le centre a_w est prêt à effectuer des lectures des échantillons doivent être différents de ceux qui ont servi à étalonner l'appareil.
- 7.5.2 Avant d'effectuer des lectures des échantillons, vérifier la validité de l'étalonnage en prenant une lecture de l'étalon d'humidité le plus près de l'activité de l'eau prévue des échantillons, habituellement SEL-90 ou SEL-98 dans le cas de la plupart des denrées alimentaires.

Corriger la lecture en utilisant la ligne de régression ou la formule de régression du dernier étalonnage valide et inscrire cette valeur sur la chartre de contrôle appropriée du capteur et de l'étalon. Procéder à la mesure de l'échantillon si la valeur tombe entre les limites supérieure et inférieure établies en 7.4.2.

- 7.5.3 Si la lecture de l'étalon d'humidité dépasse les limites supérieure ou inférieure, répéter la lecture trois fois tout en laissant le capteur revenir à l'humidité ambiante entre les lectures.

Si les trois lectures se situent à l'intérieur des limites de contrôle supérieure et inférieure, aucun ajustement n'est alors nécessaire et poursuivre les lectures des échantillons. Si les trois lectures sont encore anormales, il faut alors étalonner de nouveau l'appareil.

Si le problème persiste, il faut procéder à une vérification d'étalonnage à quatre ou cinq points. Les résultats qui s'établissent dans une plage différente de celle de l'étalonnage antérieur mais sont linéaires indiquent un mauvais fonctionnement du matériel. Les résultats qui ne sont pas linéaires indiquent qu'il y a un problème avec un ou plusieurs des étalons d'humidité, qu'il faudra remplacer.

7.6 Mesure des échantillons

- 7.6.1 Avant de mesurer les échantillons un jour donné, il faut préparer l'appareil de Novasina en procédant de la façon suivante :
- 1) Ouvrir l'alimentation et laisser l'instrument fonctionner pendant au moins deux heures.
 - 2) Régler le cadran de température à 190 (25 °C).
 - 3) Régler les interrupteurs RTD-24 à la position «S».
 - 4) Ouvrir l'imprimante et choisir «1» pour enregistrer un canal seulement ou «6» pour enregistrer les trois canaux (facultatif).
 - 5) Déterminer si l'instrument est prêt en mesurant les étalons d'humidité de la façon décrite dans la section Contrôle de la qualité (voir 7.5).
 - 6) Installer des pré-filtres neufs appropriés.
 - 7) S'assurer que la plage d'étalonnage de l'activité a_w inclut la lecture prévue des échantillons.
- 7.6.2 Les échantillons devraient être analysés en triplicata.
- 7.6.3 Réchauffer au préalable les échantillons réfrigérés et congelés à 25 °C avant de les ouvrir pour éviter la formation de condensation sur l'échantillon et réduire le temps d'équilibrage. Il faut veiller à éviter toute évaporation d'eau de l'échantillon.
- Écraser ou découper l'échantillon pour l'homogénéiser. Remplir complètement les bols d'échantillon en plastique, mais le matériau ne doit pas dépasser le bord. Éviter de toucher directement à l'échantillon.
- 7.6.4 On peut entreposer les échantillons qui ne sont pas analysés sur-le-champ en scellant les bols en plastique remplis d'échantillon dans des sacs en plastique et en les rangeant à une température appropriée. Là encore, il faut réchauffer d'abord les échantillons réfrigérés et congelés à 25 °C pour éviter la formation de condensation sur l'échantillon.
- 7.6.5 Déposer les bols d'échantillon en plastique dans les bols à mesurer en acier inoxydable en tirant sur la molette du capteur approprié et en utilisant les pinces pour placer les bols à mesurer en acier inoxydable sous les capteurs d'activité de l'eau en s'assurant qu'ils sont bien ajustés et que le joint d'étanchéité est solide.
- Fermer soigneusement la porte de la chambre.
- 7.6.6 Lorsque l'équilibre a été atteint, noter la valeur de l'activité de l'eau à trois décimales près et la lecture de la température du canal approprié.
- 7.6.7 Corriger les valeurs a_w au moyen de la plus récente ligne de régression de l'étalonnage pour chaque canal. Rapporter les valeurs a_w de l'échantillon en déterminant d'abord la moyenne de lectures multiples et en rapportant ensuite les lectures à deux décimales après le point, arrondies au besoin. Inscrive la lecture a_w de l'échantillon sur la feuille de laboratoire appropriée.

- 7.6.8 Après chaque lecture, il faut assécher les capteurs en retirant les bols et laissant les capteurs revenir à l'humidité ambiante. Nettoyer et assécher les bols en acier inoxydable et le filtre au besoin et jeter le pré-filtre.

7.7 **Méthodes d'entretien**

7.7.1 Étalons d'humidité

Il faudrait acheter d'un fournisseur réputé les étalons d'humidité portant une étiquette indiquant l'activité de l'eau. L'idéal serait d'acheter des étalons d'humidité homologués.

Si les étalons d'humidité au-dessus de l'humidité ambiante montrent des signes de déshydratation, il faut les rafraîchir avec de l'eau distillée de telle façon que l'eau est à peine visible à la surface. Pour entreposer ces étalons d'humidité, il faut les sceller dans leur contenant avec du ruban adhésif et les entreposer dans un contenant hermétique lorsqu'ils ne servent pas.

Si les étalons d'humidité au-dessous de l'humidité ambiante se remplissent d'eau, utiliser un tissu absorbant pour éponger l'eau jusqu'à ce que l'humidité revienne à un niveau normal. Il faut ranger ces étalons dans des contenants scellés à un endroit sec, comme dans un dessiccateur.

Il faut remplacer les étalons d'humidité s'ils sont contaminés ou si tout le sel s'est dissous. Il est recommandé de remplacer les étalons d'humidité à l'occasion.

7.7.2 Pré-filtres

Après avoir été exposés à des aliments gras, acides et autres, les capteurs peuvent avoir des défaillances avec le temps. Comme mesure de prévention, il faudrait utiliser des pré-filtres pour procéder à toute mesure d'échantillon.

Le concessionnaire Novasina offre tout un éventail de pré-filtres. Sauf dans les cas où il faut des pré-filtres spéciaux, on peut utiliser des filtres en papier à écoulement rapide, neutres sur le plan chimique.

Pour mettre en place ou enlever les pré-filtres, relever la bague de retenue de couleur or et, tout en relevant la capteur avec la molette, saisir le capteur et tirer fermement pour le dégager. Tourner le capteur vers le haut, enlever la pince en forme de C et tourner le capteur vers le bas pour en faire tomber le treillis métallique. **IL NE FAUT PAS TOUCHER LE BOUTON DU CAPTEUR.** Retirer ou remettre en place le filtre, le treillis métallique et la pince en forme de C, remettre le capteur en place, de même que la bague de retenue.

7.7.3 Entretien du capteur

Ne pas submerger les capteurs dans l'eau ni dans aucun autre liquide.

Ne pas laisser les capteurs dans un courant d'air.

Ne pas pulvériser de liquide sur un capteur ni souffler sur celui-ci.

Ne pas soumettre le capteur à des changements de température qui permettent la formation de condensation.

Éviter les chocs physiques.

Protéger les capteurs contre les substances puissantes comme des vapeurs d'acide ou de base.

Ne pas chauffer les capteurs ou les faire refroidir au-delà des limites prescrites.

Ne pas placer les capteurs dans un environnement humide.

Pour l'entreposage de longue durée, placer les capteurs dans un contenant scellé.
Utiliser les filtres appropriés.
Éviter tout contact direct entre l'échantillon et le capteur.
Nettoyer régulièrement le filtre en acier inoxydable.
Protéger le capteur contre la contamination par la poussière ou des particules.
Laisser les capteurs revenir à l'humidité ambiante après chaque utilisation.

8. RÉFÉRENCES

- 8.1 Gaudreault, France. 1994. Determination of Water Activity of Foods Using the NOVASINA. Procedure # MM-INS13-001. HPB, Quebec.
- 8.2 Kiltic, D., Favetto, G., Chirife, J., and Resnik, S. 1986. Measurement of water activity in the intermediate moisture range with the Novasina Thermoconstanter humidity meter. *Lebensmittel Wissenschaft und-Technologie* **19**: 297-301.
- 8.3 Novasina AG. 1988. Novasina aw center Operation Manual. Pfäffikon, Switzerland.
- 8.4 Stoloff, L. 1978. Calibration of Water Activity Measuring Instruments and Devices: Collaborative Study. *JAOAC* **61**: 1166-1178.
- 8.5 Stroup W.H. and Peeler J. T. 1987. Evaluation of Precision Estimates for Fiber-Dimensional and Electrical Hygrometers for Water Activity Determinations. *JAOAC* **70**: 955-957.
- 8.6 Troller J.A. 1977. Statistical Analysis of a_w Measurements Obtained with the Sina Scope. *Journal of Food Science* **42**: 86-90.
- 8.7 Association of Official Analytical Chemists. 1990. Water Activity of Canned Vegetables. In: *Official Methods of Analysis - AOAC - 15th Edition*. pp. 987-988.

Annexe 1

FICHE D'ÉTALONNAGE

Date:

Analyste:

Les températures factices sont-elles correctes? : O ou N

	Température °C	Références d'étalonnage	
		INTERMÉDIAIRE	ÉLEVÉE
Étalon utilisé		SEL-	SEL-
Capteur #1			
Capteur #2			
Capteur #3			

RÉGRESSION LINÉAIRE

Date:

Sel	y	Capteur #1 x_1	Capteur #2 x_2	Capteur #3 x_3
SEL-53	0,529			
SEL-75	0,753			
SEL-84	0,843			
SEL-90	0,901			
SEL-98	0,980			
a				
b				
r				

où: a = intercept-y
 b = pente
 r = coefficient de corrélation

Les valeurs correctes de aw sont : $y = a + bx$ (où x = lecture)

Annexe 2

Calcul d'une ligne de régression

SEL ÉTALON	valeurs y	valeurs x
SEL-11	0,113	
SEL-53	0,529	
SEL-75	0,753	
SEL-90	0,902	
SEL-98	0,980	

Entrer les valeurs x en prenant des lectures a_w des sels étalons.

Calculer:

$$\begin{aligned} & \sum y \\ & \sum y^2 \\ & \sum xy \\ & \sum x \\ & \sum x^2 \\ & n = 5 \end{aligned}$$

$$b \text{ (pente)} = \frac{\sum xy - \sum x \sum y/n}{\sum x^2 - [(\sum x)^2/n]}$$

$$a \text{ (intercept-y)} = \frac{\sum y - b \sum x}{n}$$

Alors: $y = a + bx$

Annexe 3TABLEAU I. Activité de l'eau (a_w) des boues de sel de référence à 25°C

Sel	a_w
MgCl ₂	0,328
K ₂ CO ₄	0,432
Mg(NO ₃) ₂	0,529
NaBr	0,576
CoCl ₂	0,649
NaCl	0,753
KBr	0,809
(NH ₄) ₂ SO ₄	0,810
KCl	0,843
Sr(NO ₃) ₂	0,851
BaCl ₂	0,902
KNO ₃	0,936
K ₂ SO ₄	0,973

Annexe 4

Étalonnage par la méthode D-Pot:

1. Procéder à l'étalonnage en insérant l'élément D-Pot au point de jonction de chaque fil entre la chambre de conditionnement et les dispositifs de contrôle.
2. Installer le SEL-75 et laisser en place pendant deux heures environ pour qu'il parvienne au point d'équilibre.
3. Régler le bouton du sélecteur D-Pot à la position «S» ou «capteur», selon l'appareil, et le sélecteur de canaux sur le canal à étalonner.
4. Lorsque le point d'équilibre a été atteint, s'il y a une différence entre la valeur du SEL-75 (0,753 à 25 °C) et la lecture numérique du centre aw, ajuster la valeur en tournant la vis du potentiomètre «M».
5. Placer le bouton du sélecteur D-Pot en position «D» ou «POT» selon l'appareil et ajuster le réglage du D-Pot en utilisant les molettes jusqu'à ce que la lecture numérique du centre aw donne 0,753. Inscire la valeur D-Pot sur la fiche d'étalonnage (annexe 1).
6. Régler le sélecteur D-Pot à la position «S» ou «capteur».
7. Inscire l'heure à laquelle les lectures finales ont été prises, la température, le numéro du canal et la source d'humidité (fiche d'étalonnage, annexe 1).
8. Remplacer le SEL-75 par le SEL-98, indiquer l'heure à laquelle le sel a été placé sous le capteur.
9. Attendre environ deux heures pour que le point d'équilibre soit atteint.
10. Placer le bouton du sélecteur sur le canal à étalonner.
11. Lorsque le point d'équilibre est atteint, s'il y a une différence entre la valeur du SEL-98 (0,980 à 25 °C) et la lecture numérique sur le centre aw, ajuster la valeur en tournant la molette du potentiomètre «H».
12. Placer le bouton du sélecteur D-Pot à la position «D» ou «POT» et ajuster le réglage D-Pot au moyen des molettes, jusqu'à ce que la lecture numérique du centre aw donne 0,980. Inscire la valeur D-Pot sur la fiche d'étalonnage (annexe 1).
13. Ajuster les molettes du D-Pot à la valeur indiquée tout en rajustant «M» et tourner la vis du potentiomètre «M» jusqu'à ce que la lecture numérique du centre aw donne 0,753.
14. Ajuster les molettes du D-Pot à la valeur indiquée tout en rajustant «H» et tourner la vis du potentiomètre «H» jusqu'à ce que la lecture numérique du centre aw donne 0,980.
15. Répéter les étapes 13 et 14 jusqu'à ce que les valeurs 0,753 et 0,980 apparaissent sur le canal numérique.

Déplacer les résultats des potentiomètres «M» et «H» en procédant à un changement de valeur réciproque. À la suite d'une série d'ajustements, ces valeurs deviennent de plus en plus précises.

L'APPAREIL EST MAINTENANT ÉTALONNÉ.