

# WAGOSUSZARKI W POMIARCH WILGOTNOŚCI



Powszechnie wiadomo, że zawartość wilgoci ma wpływ na różnorakie własności fizyczne substancji. Stąd wynika potrzeba oznaczania zawartości wilgoci na różnych etapach produkcji czy też kontroli produktu. Zazwyczaj proces w którym określamy wilgotność czy też masę suchą musi być szybki i w miarę pewny.

Oczekiwane są zatem urządzenia i metody, które spełniają te wymagania. Takimi urządzeniami są wagosuszarki, które będąc urządzeniami dwufunkcyjnymi znalazły szerokie zastosowania w laboratoriach i przemyśle. Zadaniem tej publikacji jest wskazanie pewnych dróg postępowania, które umożliwią optymalne wykorzystanie wagosuszarki.

1. Wstęp .....	2
2. Co to jest wilgotność materiałów? .....	2
3. Metody określania wilgotności .....	3
4. Ogólna budowa wagosuszarek .....	3
4.1. Pomiar masy .....	4
4.2. Pomiar wilgotności .....	4
5. Dobór wagosuszarki .....	5
5.1. Halogen czy promiennik podczerwieni? .....	5
6. Adjustacja czujnika temperatury .....	7
7. Kontrola wskazań temperatury .....	7

Janas Sławomir

Kierownik Laboratorium Badawczego  
e-mail: [janas@radwag.pl](mailto:janas@radwag.pl)



RADWAG WAGI ELEKTRONICZNE - LABORATORIUM BADAWCZE

/ KONSULTACJE I WSPARCIE TECHNICZNE /

26-600 RADOM, ul. Bracka 28

tel.(0-48) 38 48 800 wew. 536, tel./fax. (0-48) 385 00 10

<http://www.radwag.pl>

## 1. Wstęp

Wilgotność materiałów jest jednym z kryteriów decydujących o jakości substancji. W wielu przypadkach określenie wilgotności musi się odbywać szybko w możliwie pewny sposób. Dotyczy to wszystkich laboratoriów i ośrodków badawczych związanych bezpośrednio z produkcją. Stosownie w takich przypadkach metody tradycyjnej polegającej na:

- ważeniu,
- suszeniu kilka godzin i

ponownym ważeniu jest niemożliwe.

Czas potrzebny na określenie wilgotności taką metodą jest zazwyczaj zbyt długi. Idealnym urządzeniem umożliwiającym wykonanie szybkiego i dokładnego pomiaru może być wagosuszarka, która podobnie jak w metodzie tradycyjnej wykorzystuje zjawisko **TERMOGRAWIMETRII**.

-----  
*Termograwimetria jest procesem określania ubytku masy, który występuje podczas ogrzewania substancji. Podczas tego procesu próbka ważona jest przed i po ogrzewaniu a następnie wylicza się różnicę pomiędzy tymi dwoma określonymi ciężarami. Termin pochodzi z łacińskiej nazwy*

*trójczłonowej:*

*Thermo = ciepło  
Gravi = ciężar  
Metry = metoda*

-----

## 2. Co to jest wilgotność materiałów?

W metodach termograwimetrii (również wagosuszarka) wszystkie składniki ulatniają się podczas ogrzewania próbki. Należą do nich tłuszcze, substancje aromatyczne, rozpuszczalniki organiczne, dodatki chemiczne, woda oraz inne składniki, które mogą powstać w wyniku rozkładu termicznego (tzn. produkty spalania). Tak więc wilgotność materiałów jest to zbiór wszystkich składników występujących w próbce, które wyparowują podczas jej ogrzewania. Niestety większość użytkowników nie dostrzega różnicy pomiędzy wilgotnością a zawartością wody w próbce.

W zasadzie nie ma możliwości selekcjonowania ubytku czystej wody od ubytku innych składników. Należy przy tym zaznaczyć, że decydujące znaczenie ma w tym przypadku temperatura suszenia. Zbyt wysoka powoduje spalanie próbki w tym samym niezamierzony ubytek innych składników. W procesach suszenia powszechnie stosowany jest termin „woda wolna” czyli taka, która usuwana jest z próbki w temperaturze 105°C.

Mając na uwadze powyższe stwierdzenia zasadne jest posługiwanie się terminem zawartość masy suchej w próbce.

### 3. Metody określania wilgotności

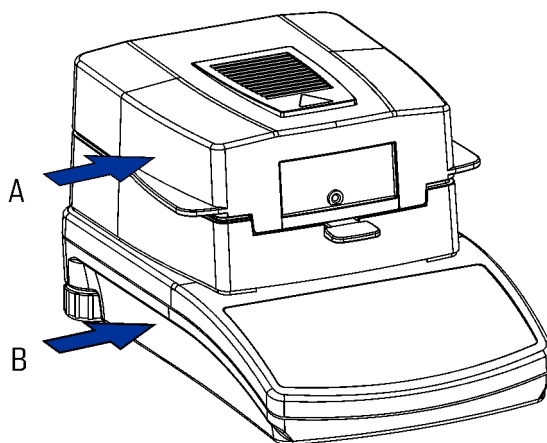
Istnieje wiele metod określania zawartości wilgoci w materiałach. Generalnie można te metody podzielić na dwie kategorie:

- **absolutne**  
zawartość wilgoci jest oznaczana bezpośrednio, np. jako ciężar ubytku zarejestrowany podczas rutynowego suszenia.
- **dedukcyjne**  
zawartość wilgoci jest oznaczana pośrednio, mierzone są właściwości fizyczne, które wiążą się z wilgotnością w badanej substancji (np. absorpcja promieni elektromagnetycznych lub elektryczna przewodność właściwa).

### 4. Ogólna budowa wagosuszarek

Wagosuszarka składa się z precyzyjnej wagi laboratoryjnej oraz połączonej z nią komory suszenia zapewniającej stabilną temperaturę suszenia podczas pomiaru. Taka konstrukcja powoduje, że sposób pomiaru wilgotności względnej odbiega od metody uznanej za tradycyjną. Istota działania wagosuszarki sprowadza się do:

- precyzyjnego ważenia badanej próbki przed suszeniem oraz w trakcie procesu suszenia bez konieczności jej wyjmowania
- automatycznego zakończenia pomiaru / *suszenie do stałej masy lub gdy upłynie czas suszenia* /
- wyliczenia wyników suszenia w/g wzoru dla przyjętego sposobu pracy
- przekazania danych z pomiarów do drukarki lub komputera gdy zachodzi potrzeba sporządzania dokumentacji towarzyszącej.



A – komora suszenia  
B – komora wagowa

Rys. 1. Schemat budowy wagosuszarki

Większość wagosuszarek posiada komorę suszenia ponad komorą wagową co pozwala w prosty sposób analizować ubytki masy próbki. Kształt oraz wielkość wagosuszarki może być różna, ale jeden element jest niezmienny a mianowicie: separacja komory ważenia względem komory suszenia.

#### 4.1. Pomiar masy

Odbywa się jak w większości wag na zasadzie badania siły z jaką dana próbka jest przyciągana przez Ziemię zgodnie z zależnością:

$$F = m \cdot g$$

[1]

gdzie:  $F$  - siła  
 $m$  - masa próbki  
 $g$  - przyspieszenie ziemskie w miejscu pomiaru

Stąd wynika praktyczna aspekt, a mianowicie: każdą wagosuszkę należy adjustować, jeżeli będzie ona wykorzystywana jako precyzyjna waga. Eliminuje się wówczas błąd wskazań pochodzący od zmian przyspieszenia ziemskiego. Większość wagosuszek to wagi z systemem adiustacji wzorcem zewnętrznym. Oczywiście wykonując adiustację należy używać wzorca o odpowiedniej klasie dokładności.

#### *Adjustacja wagi*

*jest to zbiór operacji ustalających relacje między wartością wskazaną przez wagę, a masą wzorca (odważnika adiustacyjnego), stanowiącego obciążenie wagi oraz dokonujących korekcy wskazania, jeżeli zachodzi taka potrzeba.*

Praktycznie nie stosuje się systemów adiustacji wewnętrzną masą ponieważ podstawową funkcją tego typu urządzeń jest określanie wilgotności a tym procesie ważna jest różnica mas. Z drugiej strony przy ciągłej pracy urządzenia i tak adjustacja automatyczna nie może działać nawet okresowo.

#### 4.2. Pomiar wilgotności

Pomiar wilgotności czy też zawartości masy suchej jest pomiarem różnicowym w którym określamy masę próbki przed analizą oraz po jej zakończeniu. Stąd też nie jest konieczny bardzo precyzyjny pomiar masy. Określenie zawartości wilgoci odbywa się według zależności:

$$W[\%] = \frac{(M_p - M_k)}{M_p} \cdot 100\%$$

[2]

gdzie:  $W$  - wilgotność  
 $M_p$  - masa początkowa próbki  
 $M_k$  - masa końcowa próbki

Praktycznie jedna z wartości mierzonych jest znana na starcie naszej analizy. Jest to masa początkowa próbki. Natomiast wartość masy końcowej jest zależna od kilku czynników do których zaliczamy:

- temperaturę suszenia
- wielkość analizowanej naważki
- kryterium auto-wyłączenia, jeżeli aktywny jest tryb automatyczny.

Zależność masy końcowej od różnych czynników wymusza (głównie na producentach) prowadzenie testów suszenia. Wynikiem tych testów są opracowania zawierające parametry suszenia dla różnych materiałów w odniesieniu do metod znormalizowanych. Jest to znaczne wsparcie dla użytkowników wagosuszek, którzy wykorzystują gotowe szablony.

## 5. Dobór wagosuszarki

Wybór konkretnego typu wagosuszarki powinien uwzględniać zakres prac jakie będą na niej wykonywane. Jeżeli urządzenie będzie realizować wyłącznie proces suszenia wystarczające jest zazwyczaj niewielkie obciążenie maksymalne wagi np. 50g. Do określania zawartości wilgoci używa się niewielkich naważek. W zakresie temperatur suszenia standardem jest 160°C, co pokrywa wymagania ponad 95% użytkowników. Jednakże w przypadku potrzeby suszenia materiałów w bardzo wysokiej temperaturze należy poszukiwać wagosuszarek których maksymalna temperatura suszenia wynosi 250°C.

Jeżeli wagosuszarka będzie również wykorzystywana jako waga precyzyjna to należy uwzględnić trzy czynniki:

- maksymalny zakres ważenia
- konieczność posiadania odważnika adjustacyjnego o odpowiedniej klasie dokładności.
- wielkość komory ważenia

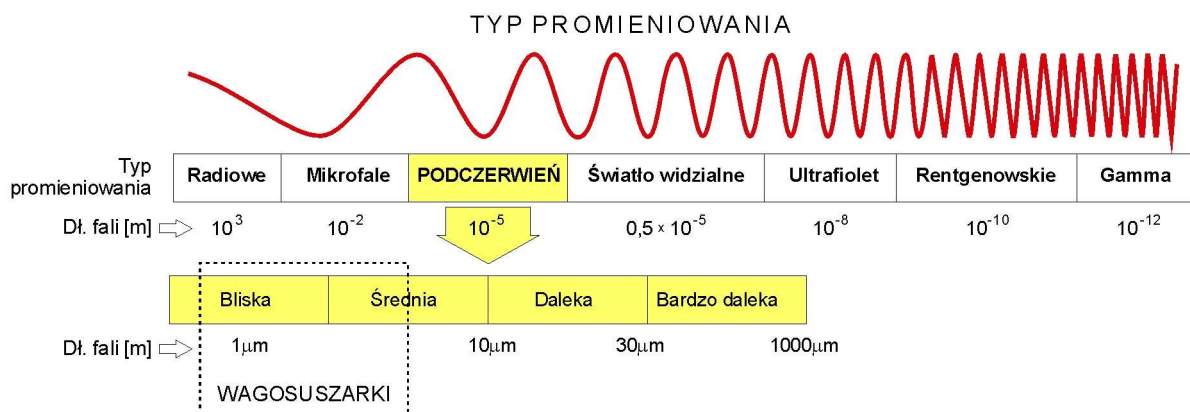
Zakres ważenia dla większości wagosuszarek to około 50g, jednakże dla materiałów o dużych gęstościach może to być niewystarczające. Należy wówczas stosować wagosuszarki o maksymalnym obciążeniu 100g lub 200g.

Odważnik adjustacyjny jest typowym odważnikiem (wzorcem masy), jaki jest wykorzystywany w przypadku wag precyzyjnych. Możliwe jest zatem posługiwanie się tym samym wzorcem dla kilku wag – wagosuszarek.

Komora ważenia (suszenia) w przypadku wagosuszarek jest dość mała, tak więc zakres jej wykorzystania jest ograniczony, głównie poprzez wysokość.

### 5.1. Halogen czy promiennik podczerwieni?

Halogeny i promienniki podczerwieni stosowane w wagosuszarkach wykorzystują zjawisko emisji fal w zakresie od 0,76µm do 1000 µm do przekazywania ciepła do suszonego materiału. W zasadzie obydwa źródła ciepła są de facto promiennikami podczerwieni ale pracującymi z różnymi długościami fal. Inne nazewnictwo wynika z potrzeby ich rozróżniania.



Rys. 2. Podział fal elektromagnetycznych

Halogeny - promienniki emitujące fale w zakresie promieniowania podczerwonego dzielimy na:

- **IRS** (infrared short) - promieniowanie krótkofalowe, długość fali IR 1,2 $\mu$ m.
- **IRM** (infrared medium) - promieniowanie średniofalowe, długość fali IR 3 $\mu$ m.
- **IRL** (infrared long) - promieniowanie długofalowe, długość fali IR 5 $\mu$ m.

Przedstawiony podział jest dość umowny, ponieważ zakresy fal zachodzą na siebie i w pewnych zastosowaniach mówi się o falach krótkich a ten sam zakres może być uznawany już za fale średnie. Podczas ogrzewania próbki występują dwa zjawiska:

- promieniowanie oraz
- konwekcja.

Promieniowanie to nic innego jak przekazywanie ciepła z jednego ciała do drugiego, przy czym ilość przekazanego ciepła zależy od:

- różnicy temperatur pomiędzy emitерem (nadawcą) a odbiorcą (próbka)
- środowiska
- długości fali emitowanej

Podczas promieniowania w sporadyczny sposób w wymianie uczestniczą inne ciała pośrednie. Gdy rozpatrujemy wagosuszarki tym ciałem pośrednim jest powietrze.

Zjawisko konwekcji wykorzystuje transmisję ciepła na zasadzie ruchu cząsteczek powietrza, które krążą w komorze wagosuszarki. Ciepłe powietrze jako rzadsze unosi się ku górze a chłodniejsze przemieszcza się w dół. Taka cyrkulacja pozwala przenosić energię za pomocą ośrodka.

Promieniowanie podczerwone (generowane przez tzw. promienniki podczerwieni) pochłaniane jest głównie przez cząsteczki pary wodnej. Jest to związane z tym, że energia drgań wewnątrzcząsteczkowych jest tego samego rzędu co energia kwantów promieniowania podczerwonego. Występowanie tego zjawiska jest uwarunkowane występowaniem promieniowania o odpowiedniej długości fali.

Promienniki podczerwieni emitują dłuższą falę (światło bardziej czerwone) ale mniej energii. Jednakże wraz ze wzrostem długości fali maleje znacznie współczynnik odbicia – więcej energii wnika do materiału (do 80%). Ma to zastosowanie w przypadku materiałów o dużym współczynniku odbicia oraz dla materiałów o ciemnej kolorystyce. Promieniowanie podczerwone penetruje wówczas równomiernie całą próbkę.

#### **OBJAŚNIENIE:**

*ODBICIE — zmiana kierunku rozchodzenia się fali na granicy dwóch ośrodków powodująca, że pozostaje ona w ośrodku, w którym się rozchodzi. Odbicie może dawać obraz lustrzany lub być rozmyte, zachowując tylko właściwości fali, ale nie dokładny obraz jej źródła*

*ROZPRASZANIE ODBICIOWE - jeżeli powierzchnia odbijająca fale nie jest gładka, zachodzi rozpraszanie odbiciowe. Fala nie odbija się w jednym kierunku, tylko rozprasza we wszystkie strony. Przykładem może być odbicie światła od powierzchni kartki w książce. Lampa oświetla stronę, fale odbite rozchodzą się we wszystkich kierunkach. W ten sposób osoba czytająca może dostrzec litery, gładki papier zdjęć fotograficznych uniemożliwia ich oglądanie pod niektórymi kątami, gdyż utrudnia je światło odbite zwierciadlanie od gładkiej powierzchni. Zjawisko rozpraszania jest zależne od stosunku chropowatości powierzchni do długości fali.*

***Im dłuższa fala oraz bardziej gładka powierzchnia, tym rozpraszanie jest słabsze.***

Halogeny emitują wyższą energię, ale w zakresie krótszych fal (jaśniejsze światło), im krótsza długość fali, tym więcej promieniowania ulega odbiciu. Stąd udział promieniowania w całkowitym bilansie przekazywanej energii wynosi około 50% . Udział procentowy promieniowania i konwekcji w procesie suszenia zawiera poniższa tabela.

	Promiennik	Halogen
Promieniowanie	80%	50%
Konwekcja	20%	50%

Oceniając ten problem należy zauważyć, że halogeny znacznie szybciej nagrzewają komorę wagosuszarki (emisja wyższej energii) a tym samym czas analizy może być krótszy. Decydując się na określony ten źródła ciepła należy poza walorami użytkowymi uwzględnić aspekt ekonomiczny. Promienniki podczerwieni są znacznie droższe. Można powiedzieć, że 99% wagosuszarek będących w użytkowaniu posiada halogeny jako źródło ciepła.

## 6. Adjustacja czujnika temperatury

W czasie procesu produkcyjnego dla każdej wagosuszarki wykonywany jest proces adjustacji czujnika temperatury. Jego poprawność ma decydujące znaczenie dla późniejszych cykli suszenia. Skalowanie czujnika temperatury odbywa się w kilku punktach zapewniając późniejsze poprawne wskazania temperatury w czasie analizy. Należy przy tym zaznaczyć, że czujniki są skalowane wówczas, gdy na szalce wagosuszarki nie ma próbki. W rzeczywistości, gdy próbka znajduje się na szalce rozkład temperatury może być nieco inny. Decyduje o tym kolorystyka próbki oraz zjawiska parowania wilgoci.

Generalnie procedura adjustacji czujnika temperatury jest procedurą produkcyjną i w zasadzie nie powinna być wykonywana przez użytkownika. Jeżeli własne badania i testy wykazują jakies nieprawidłowości w zakresie temperatury suszenia, należy skontaktować się z autoryzowanym serwisem i zlecić wykonanie ekspertyzy.

## 7. Kontrola wskazań temperatury

Polega na sprawdzeniu czy zadana temperatura suszenia jest praktycznie osiągnięta i utrzymywana w komorze suszenia. Stosowane mogą być wskaźniki do kontroli temperatury, które nakleja się na szalkę. Standardowo występują one w trzech przedziałach temperaturowych zapewniając kontrolę w całym zakresie pracy wagosuszarki:

- 88 ÷ 138 °C
- 143 ÷ 193 °C
- 199 ÷ 260 °C

Kontrola z wykorzystaniem wskaźników jest kontrolą orientacyjną ze względu na budowę wskaźnika i jego rozdzielczość.



Znacznie dokładniejszą kontrolą jest kontrolą z wykorzystaniem termometrów elektronicznych np. PT 101 lub PT-401 (wersja z RS 232). Jest to dobre rozwiązanie dla tych użytkowników którzy muszą dodatkowo poza zmianą masy próbki ściśle kontrolować przebieg temperatury suszenia (wymagana przez systemy jakości ISO).

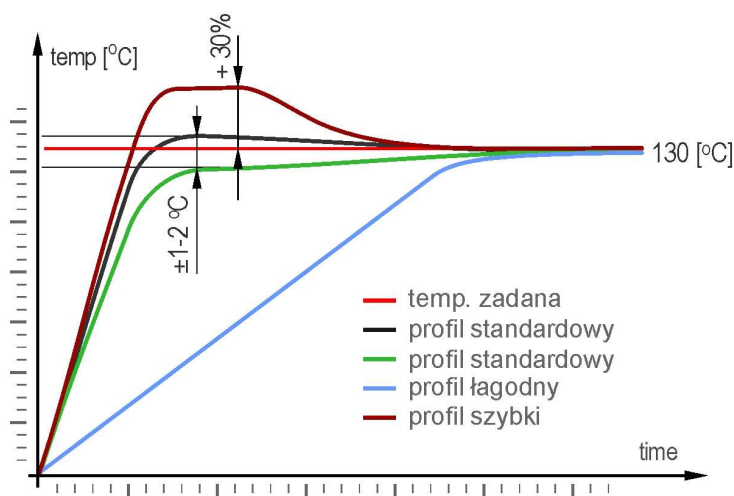


Należy przy tym przestrzegać zasady, że oba termometry (wewnętrzny wagosuszarki i kontrolny) powinny mieć sondy o takiej samej kolorystyce. W przypadku, gdy jeden z nich będzie miał kolor jasny (stal nierdzewna) a drugi kolor czarny, to w wyniku:

- pochłaniania ciepła przez materiały o ciemnej kolorystyce i
- odbijania światła przez materiały o jasnej kolorystyce

wskazania pomiędzy termometrami będą się różnić o około 20°C

Kontrola temperatury suszenia odbywa się od momentu rozpoczęcia procesu. W pierwszej fazie suszenia występuje stan dynamiczny w czasie którego mogą występować różnice pomiędzy temperaturą pokazywana przez wagosuszarkę a temperaturą wskazywana przez termometr kontrolny. Wynika to z nagrzewania komory suszenia oraz rozkładu temperatury w jej wnętrzu. W drugiej fazie suszenia następuje wzajemne wyrównanie się temperatur. Ponieważ zakres ustawiana temperatury suszenia w wagosuszarce wynosi +/- 1°C należy uznać za prawidłowe wskazanie wówczas, gdy różnice pomiędzy obserwowanymi temperaturami wynosi +/- 2°C.



Rys. 3. Profile suszenia

Kontrolując temperaturę analizy należy uwzględnić również wybrany profil suszenia. Jak pokazuje powyższy wykres dla profilu łagodnego taka kontrola jest zasadna dopiero po pewnym czasie. Zupełnie inaczej przedstawia się profil szybki, który charakteryzuje się znacznym przeregulowaniem ponad temperaturę zadaną.

Literatura:

1. portal internetowy: [pl.wikipedia.org](http://pl.wikipedia.org)
2. portal internetowy: [selfa.pl](http://selfa.pl)
3. portal internetowy: [www.radwag.pl](http://www.radwag.pl)