



Użytkowanie wagosuszarek RADWAG oraz metrologia pomiarów wilgotności

KOMPENDIUM WIEDZY





Użytkowanie wagosuszarek RADWAG serii MA 3Y i MA R oraz metrologia pomiarów wilgotności

KOMPENDIUM WIEDZY

dla pracowników laboratoriów, uczelni techniczno-humanistycznych,
technologów, wydziałów produkcyjnych oraz placówek badawczo-rozwojowych

© Copyright by RADWAG Wagi Elektroniczne

Radom 2016

Wydanie I

RADWAG Wagi Elektroniczne
26-600 Radom, ul. Bracka 28
Tel. 48 3848800, fax 48 3850010
e-mail: radom@radwag.pl
<http://www.radwag.pl>
NIP: 796-000-03-27

OD AUTORA

Poniższe opracowanie jest w pewnym stopniu usystematyzowaniem wiedzy i doświadczeń w zakresie pomiarów wilgotności wykonywanych metodą grawimetryczną. Większość użytkowników używa wagosuszarek w sposób intuicyjny, co jest zgodne z ogólnymi trendami w tego typu urządzeniach. Nie należy jednakże zapominać, że wagosuszarka jest urządzeniem pomiarowym, które powinna charakteryzować dokładność pomiaru. Ten cel jest osiągalny tylko wówczas, gdy w czasie pomiaru posługujemy się odpowiednią metodyką. W związku z różnorodnością analizowanych próbek praktycznie nie można mówić o tylko jednej metodyce. Musi być ona opracowana dla konkretnych próbek lub ich pewnych grup asortymentowych. Stanowi to znaczne utrudnienie zwłaszcza, że wyniki muszą być odnoszone do badań wykonanych metodami referencyjnymi (normatywnymi, branżowymi, uznanymi za reprezentatywne). Gromadząc wszelkie informacje dotyczące procesów suszenia w tym opracowaniu mam nadzieję, że będą one stanowić treścią lekturę dla początkujących jak i zaawansowanych użytkowników wagosuszarek.

Sławomir Janas
Kierownik Laboratorium Badawczego



SŁAWOMIR JANAS - Od ponad 20 lat pracuje w firmie Radwag Wagi Elektroniczne. Zajmuje się metodyką pomiarów masy według wymagań OIML, USP, GMP oraz metodyką pomiarów jakie są wykonywane w firmie Radwag. Prowadzi oraz nadzoruje certyfikację wag nieautomatycznych (EN 45501). W zakresie pomiarów wilgotności wykonuje walidację procedur badawczych. Posiada szereg publikacji w zakresie optymalizacji procesów ważenia, środowiska pracy dla wag wysokich rozdzielczości oraz metodyki pomiarów wilgotności.

SPIS TREŚCI

1.Wstęp	7
2.Znaczenie wilgotności w przemyśle	7
3.Definicja wilgotności	9
4.Wagosuszarka, jako urządzenie uniwersalne	9
4.1.Pomiar masy	10
4.2.Pomiar wilgotności	13
5.Możliwości funkcjonalne wagosuszarek MA.R / MA.3Y	17
6.Pierwszy test suszenia.....	22
7.Dokładność procesu suszenia	23
7.1.Wielkość próbki a dokładność pomiaru wilgotności	25
7.2.Sposób zakończenia procesu a dokładność pomiaru wilgotności	28
8.System ogrzewania próbki w komorze suszenia	29
8.1.Teoria podczerwieni w skrócie	29
8.2.Metody ogrzewania próbki w komorze suszenia	30
9.Przygotowanie próbek do suszenia	34
9.1.Jednorodność próbki	34
9.2.Przechowywanie próbek.....	34
9.3.Optymalna masa próbki.....	35
9.3.2.Próbki półpłynne	35
9.3.3.Próbki typu proszki, granulaty.....	36
9.3.4.Ciała stałe	37
9.3.5.Tworzywa sztuczne.....	37
9.3.6.Ciecze.....	38
10.Zjawiska termiczne w procesach suszenia.....	39
10.1. Zasklepianie próbki (skorupa).....	39
10.2. Spalanie próbki	39
10.3. Absorpcja ciepła.....	40
11.Funkcja Test – automatyczny dobór trybu Auto.....	41
12.Profile suszenia	43
13.Kontrola temperatury suszenia	45
13.1. Metoda sprawdzenia	45
13.2. Adiustacja temperatury suszenia	47
14.Zalecenia metodyczne dla różnych obszarów	48
14.1. Przemysł mleczarski.....	48
14.2. Przemysł spożywczy.....	48
14.3. Przemysł rolny	48
14.4. Przemysł chemiczny.....	49
14.5. Przemysł piekarniczy	49
14.6. Tworzywa sztuczne.....	49
14.7. Owoce - warzywa.....	49

15.Badanie przepuszczalności pary wodnej	50
15.1. Opis metodyki badania przepuszczalności pary wodnej z wykorzystaniem wagosuszarek... ..	51
15.2. Warunki badania.....	51
15.3. Stosowane przyrządy i materiały.....	51
16.Wagosuszarki - wymagania prawne	52
17.Walidacja procedur suszenia	52
18.Niepewność pomiaru wilgotności.....	53
19.Wagosuszarki MA.3Y – wizualizacja.....	55
20.Wagosuszarki MA.R – wizualizacja	57
21.Podsumowanie.....	59

1. Wstęp

Współcześnie na większość urządzeń do pomiarów należy patrzeć z pewnym dystansem. Mogą one zachwycać nas ciekawym designem oraz olbrzymią funkcjonalnością (czasami zbyt dużą), ale tak naprawdę najważniejsze jest to, co oferują one w zakresie pomiaru (szybkość, dokładność). W przypadku niektórych urządzeń niebagatelne znaczenie ma metodyka pomiaru, czyli to, co wypracowuje się latami. Dla zaawansowanych rozwiązań technicznych jest ona nieodzownym elementem, który dostarczany jest wraz z produktem. Najprostszą formą jest dokumentacja, ale najbardziej skuteczną szkolenie face to face, które pozwala na wzajemną wymianę informacji i doświadczeń. Poprzez to buduje się poprawne relacje na linii klient – sprzedawca. Oczywiście poziom kultury technicznej i wiedza dystrybutora powinna być ma możliwie wysokim poziomie.

Urządzeniem, które zapewne wymaga takiej otoczki jest wagosuszarka. Powiązanie ważenia i suszenia jest pozornie prostym rozwiązaniem, ale brak wiedzy w zakresie metodyki tego procesu może prowadzić do zupełnie nieoczekiwanych wyników. W niektórych przypadkach wyciąga się, więc absurdalne wnioski, co do poprawności działania takiego urządzenia. Stąd też wynika potrzeba wyjaśnienia wielu zagadnień związanych z funkcjonowaniem wagosuszek w sferze użytkowej, metrologicznej oraz prawnej.

2. Znaczenie wilgotności w przemyśle

Woda jest najważniejszym związkiem chemicznym wielu surowców i produktów żywnościowych. Od jej ilości zależy, jakość, wartość odżywcza oraz trwałość podczas przechowywania żywności. Z tego też powodu woda jest normowanym składnikiem żywności, co wymusza konieczność bieżącej jej kontroli. Odpowiednia ilość wody, decyduje o konsystencji produktu oraz jego smaku. W wielu produktach (nie tylko spożywczych) woda występuje w dwóch podstawowych formach, jako tzw. woda wolna oraz jako woda związana.

Woda wolna jest słabo związana z podłożem, znajduje się głównie na powierzchni materiału. Jest odpowiedzialna pośrednio za szybkość przemian chemicznych, jakie zachodzą w produkcji. Jednocześnie stanowi ona środowisko, w którym mogą zachodzić różne reakcje chemiczne.

Woda związana jest to ta część wody, która jest stosunkowo trwale połączona z produktem. Jej wydzielenie wymaga znacznie wyższych temperatur suszenia. Ma inne właściwości niż woda wolna znajdująca się w produkcie. Materiałem, w którym bada się zawartość wody związanej jest np. gips.

Informacja o wilgotności danego materiału sama w sobie jest bezwartościowa, rzadko bywa przedmiotem zainteresowania, jednakże na jej podstawie można wnioskować o poniższych parametrach produktu:

- możliwość zbrylania się (proszki)
- stabilność mikrobiologiczna
- właściwości przepływu, lepkość
- zawartość suchej masy
- stężenie i czystość produktu

- klasa handlowa (zgodność z normami)
- możliwość zastosowania materiału w procesie technologicznym
- wartość odżywcza produktu
- zgodność z wymaganiami technicznymi, normami prawnymi itp.

W skali przemysłowej stosowane są różne metody dla wyznaczania wilgotności próbki. Wymagana jest szybkość oraz wydajność, co narzuca określone rozwiązania techniczne. Dla produktów spożywczych istnieje kilka typów metod:

- a. metody suszenia termicznego
- b. metoda destylacji azeotropowej,
- c. metody densymetryczne,
- d. metody refraktometryczne,
- e. metody chemiczne
- f. metody elektryczne,
- g. pomiar za pomocą magnetycznego rezonansu jądrowego (NMR).

Różnorodność metod to efekt rozwoju techniki i innowacji w wielu obszarach. Oczywiście wyniki uzyskiwane różnymi metodami powinny wykazywać pewną zbieżność względem wartości prawdziwej pomimo tego, że urządzenia stosowane w tych metodach różnią się między sobą konstrukcją. Poprawność metody wykazuje się poprzez porównanie jej wyników z wynikami, jakie uzyskuje się przy zastosowaniu uznanych metod odwoławczych (znormalizowanych). Jest to oczywiste i stanowi jeden z elementów walidacji. Testy wykonuje się dla tej samej próbki, która powinna być odpowiednio przygotowana i przechowywana. Do znormalizowanych metod wykorzystywanych w oznaczeniach wilgotności należą:

- metoda suszarkowa (ogrzewanie konwekcyjne próbki),
- miareczkowanie Karla Fishera

Metoda suszarkowa to proces ważenia, suszenia oraz ponownego ważenia analizowanej próbki. Ta metoda wymaga wagi oraz pieca grzewczego o regulowanej temperaturze. Posiada własną metodykę w zakresie przygotowania próbek. Miareczkowanie (kulometryczne lub wolumetryczne), w tej metodzie określa liczbę cząsteczek wody za pomocą reakcji chemicznej.

Miareczkowanie – chemiczna technika analizy ilościowej polegająca na kontrolowanym dodawaniu np. z biurety roztworu o znanym stężeniu, tzw. titranta do roztworu badanego zawierającego analit. Obserwacja zmian zachodzących podczas procesu pozwala określić stężenie danej substancji w analizie.

Poza tym istnieje szereg rozwiązań, które wykorzystują metodę mikrofalową. Suszenie materiału w tym przypadku wykorzystuje zjawisko rotacji cząstek dipolowych (głównie wody), jakie znajdują się w próbce. Ustawiają się one równolegle do sił pola elektrycznego. Wymuszony obrót np. próbki lub przemienność pola elektrycznego powoduje automatycznie zmianę położenia cząstek dipolowych a tym samym efekt tarcia międzycząsteczkowego. W efekcie tego zjawiska wydzielona została energia cieplna w próbce, co prowadzi do usuwania wilgoci.

Niezależnie od stosowanych metod w zakresie określania wilgotności materiału, wszystkie wyniki, jakie z nich się uzyskuje powinny być spójne, bez znaczących różnic. Przy takim założeniu decydująca może być odpowiednia metodyka związana z konkretną metodą badawczą. Dotyczy to również wagosuszarek, które dzięki swojej mobilności i uniwersalności są wykorzystywane w różnych obszarach, od laboratorium do hali produkcyjnej.

3. Definicja wilgotności

Definicji wilgotności może być dość dużo, zależnie od metody, jaką się wykorzystuje oraz obszaru jej stosowana. W metodach wykorzystujących termo grawimetrię następuje proces objętościowego ogrzewania próbki. W konsekwencji tego z próbki ulatniają się wszystkie składniki takie jak woda, tłuszcze, substancje aromatyczne, rozpuszczalniki organiczne, dodatki chemiczne oraz składniki powstałe w wyniku rozkładu termicznego. W zasadzie nie ma, więc możliwości selekcjonowania ubytku wody wolnej od ubytku innych składników. W tej metodzie wilgotność jest definiowana, jako zbiór wszystkich składników występujących w próbce, które wyparowują podczas jej ogrzewania. Przyswojenie tego faktu pozwala obiektywnie ocenić przydatność wagosuszarki, jako urządzenia służącego do pomiarów wilgotności.

Konsekwencją definicji wilgotności jest określenie zawartość masy suchej. Jest to pozostała część po odparowaniu wody i innych składników z próbki. Uwzględniając powyższe zależności jest to termin poprawniejszy, bo rzeczywiście oddaje stan faktyczny próbki po suszeniu.

4. Wagosuszarka, jako urządzenie uniwersalne

W metodach termo grawimetrii podstawą dla wyznaczenia wilgotności próbki jest, co najmniej dwukrotny pomiar masy. W przypadku niektórych metod znormalizowanych oddzielnymi elementami są waga oraz piec grzewczy. Zestaw ten ma raczej charakter stacjonarny niż mobilny, co jest wadą tego rozwiązania. W przypadku wagosuszarki, czyli urządzenia posiadającego własne integralne moduły: wagowy oraz grzewczy można mówić o dwufunkcyjności. Możliwy jest dokładny pomiar masy dowolnej próbki, niekoniecznie tej, która ma być suszona. Pewne ograniczenia narzuca tu konstrukcja komory suszenia, która zdecydowanie różni się od tego, co oferują typowe wagi. Po uruchomieniu modułu grzewczego można automatycznie wyznaczyć wilgotność próbki. Mamy, więc dwie operacje sprzężone ze sobą działające w tym samym czasie – pomiar masy i pomiar temperatury. Jest to rozwiązanie pożądane w wielu obszarach gospodarki – od przemysłu chemicznego po rolnictwo.



Zdjęcie nr 1: Wagosuszarka serii MA.3Y oraz MA.R
(w tle widok elementów grzewczych: IR – promiennik podczerwieni, HAL – lampa halogenowa)

4.1. Pomiar masy

Tak jak w przypadku każdej wagi z przetwornikiem magnetoelektrycznym podczas pomiaru masy próbki zastosowanie ma zasada, według której mierzy się siłę, z jaką próbka jest przyciągana przez Ziemię według zależności:

$$F = F_G = m \cdot g$$

m – masa próbki

g – przyspieszenie ziemskie

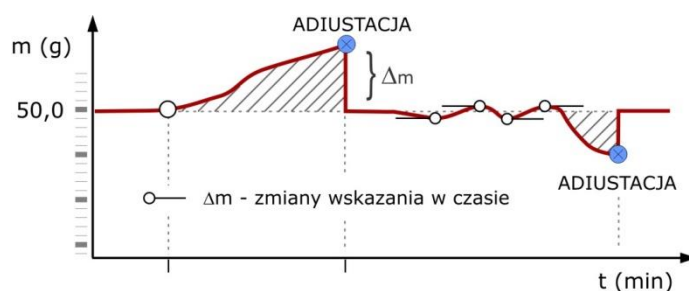
Zazwyczaj po przemieszczeniu wagosuszarki z miejsca produkcji do miejsca użytkowania wymagana jest jej ponowna adiustacja. Konieczność ta wynika z dość istotnej różnicy w przyspieszeniu ziemskim, jaka występuje między tymi dwoma miejscami.

$$F_P = mg_P \neq F_U = mg_U$$

g_P – przyspieszenie ziemskie w miejscu produkcji

g_U – przyspieszenie ziemskie w miejscu użytkowania

Adiustację wykonuje się zazwyczaj wzorcem zewnętrznym odpowiedniej klasy dokładności. Po wykonaniu tej czynności mamy gwarancję tego, że pomiar masy próbki jest dokładny.



Rysunek nr 1. Wagosuszarka serii MA.3Y oraz MA.R



KOMENTARZ

Każde urządzenie pomiarowe wymaga okresowej regulacji (adiustacji). Efektem braku tej czynności jest zazwyczaj pewne odchylenie wskazania (Δm). Po wykonaniu adiustacji eliminuje się je praktycznie do zera – waga wskazuje dokładnie. Z upływem czasu mogą wystąpić niewielkie zmiany wskazania, które są powodowane np. zmiennością warunków zewnętrznych. W konsekwencji tego proces adiustacji musi być wykonywany okresowo. Dla większości wag o dużych rozdzielczościach (ponad 2 000 000 działek) mechanizm adiustacji jest w pełni automatyczny, co zapewnia dokładność wagi niezależnie od interwału jej użytkowania. Dla wagosuszek taka dokładność nie jest wymagana ze względu na różnicowy charakter pomiaru ($M_2 - M_1$).

Okresowo tę czynność (adiustacji) należy powtarzać, jeżeli wagosuszarka ma być stosowana również do dokładnego pomiaru mas próbek. Powstaje, zatem ostatnie w tej kwestii pytanie: jakie wzorce masy należy stosować podczas adiustacji? Wybór klasy wzorca powinien uwzględniać wartość działki elementarnej (d) dla pomiaru masy. Zależności te pokazują tabele.

Masa wzorca	Klasa dokładności wzorca		
	E ₂	F ₁	F ₂
50 g	± 0,1 mg	± 0,3 mg	± 1,0 mg
100 g	± 0,16 mg	± 0,5 mg	± 1,6 mg
200 g	± 0,3 mg	± 1,0 mg	± 3,0 mg

Tabela nr 1. Maksymalne wartości błędów dla odważników wg. OIML R 111-1

Model	Działka (d)	Wzorzec	Opcjonalnie (*)
MA 50/1.R	0,1 mg	E ₂ 50 g	F ₁ 50 g
MA 50.R	1 mg	F ₁ 50 g	F ₂ 50 g
MA 110.R	1 mg	F ₁ 100 g	F ₂ 100 g
MA 210.R	1 mg	F ₁ 200 g	F ₂ 200 g
MA 60.3Y	0,1 mg	E ₂ 50 g	F ₁ 50 g
MA 200.3Y	1 mg	F ₁ 200 g	F ₂ 200 g

Tabela nr 2. Wartości odważników stosowanych, jako wzorce podczas adiustacji

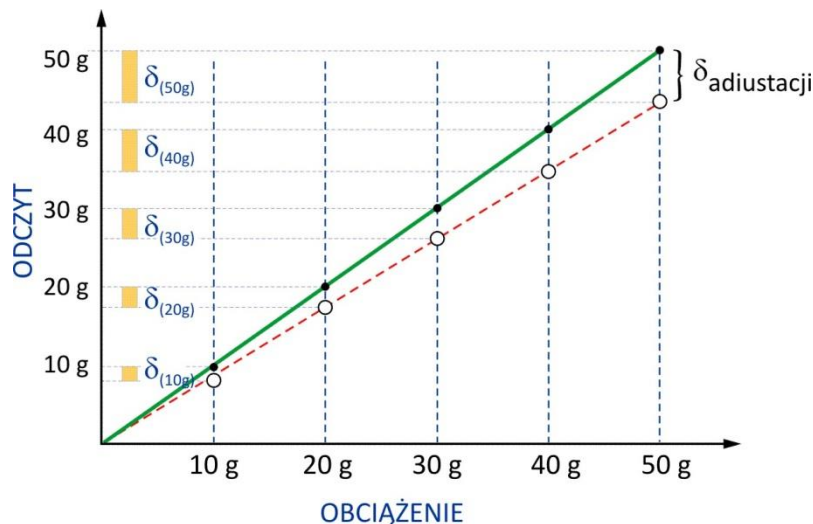
Tabela 1 - zawiera maksymalne błędy graniczne dla odważników, rzeczywiste wartości danego odważnika (wzorca) zawiera świadectwo wzorcowania - zapewne będą one znacznie mniejsze. W Tabeli 2 podano dwie możliwości wyboru klasy wzorca. Pierwszy wybór eliminuje wpływ błędu wzorca na wynik adiustacji. Wybór drugi (opcjonalnie) uwzględnia zależności, jakie zachodzą podczas adiustacji a mianowicie:

Wartość masy adiustacyjnej jest w większości przypadków bliska obciążeniu maksymalnemu wagi. Ewentualna błąd adiustacji wynikający z odchyłki wzorca nie ma większego wpływu na dokładność ważenia w zakresie do ok. maksymalnego obciążenia.



Zdjęcie nr 2. Adiustacja wagosuszarki MA 110.R (wzorzec o masie 100 g)

Wybierając, zatem wzorzec adiustacyjny należy uwzględnić również zakres pomiarowy masy, w jakim wagosuszarka będzie wykorzystywana. Ważną informacją jest również to, z jaką tolerancją należy określić masę próbki (tolerancja ważenia). Zależności te pokazano na rysunku.



Rysunek nr 2. Wpływ odchyłki adiustacji na dokładność wskazań

Na rysunku nr 2 pokazano teoretyczny wpływ niedokładności adiustacji będącej wynikiem użycia wzorca masy o zbyt dużej odchyłce. Kolorem żółtym oznaczono wielkość błędów wskazań dla różnych obciążeń. Jego wartość liniowo maleje wraz ze zmniejszaniem się obciążenia. Tę zależność można wykorzystywać do szacowania dokładności pomiaru, jeżeli wagosuszarka (waga) jest wykorzystywana do dokładnego ważenia próbek. Z powyższego wykresu wynika jeden dość istotny wniosek, który jest prawdziwy dla wszystkich wag elektronicznych: im mniejsza masa próbki tym mniejszy wpływ odchyłki adiustacji na dokładność pomiaru. Z tego też względu w przypadku bardzo małych mas parametrem decydującym o dokładności pomiaru jest powtarzalność wskazań a nie czułość wagi.



KOMENTARZ

Metrologia prawna (OIML R 111-1) w zakresie błędów granicznych dopuszczalnych dotyczy tylko odważników. Określa ona również inne wymagania dotyczące kształtu, wymiaru itd. Wzorce masy nie mają takich ograniczeń, definiuje jest w zasadzie tylko stałość masy w czasie, odchyłka oraz niepewność. Poprzez zewnętrzny wzorzec masy stosowany podczas adiustacji należy rozumieć odważnik odpowiedniej klasy dokładności, który posiada świadectwo wzorcowania. Wewnętrzny (zabudowany w konstrukcji urządzenia) odważnik adiustacyjny jest już typowym wzorcem, bo jego kształt i wymiary zdecydowanie odbiegają od wymagań, jakie narzucają wymagania prawne (OIML R-111-1).



Obciążenie maksymalne (Max)	50 g ÷ 200 g
Działka elementarna pomiaru masy	0,001 g lub 0,0001 g
Zakres tarowania	0 ÷ Max
Adiustacja	wzorzec zewnętrzny
Powtarzalność (SD)	0,001 g lub 0,00015 g
Liniowość	± 0,003 g lub 0,0006g
Stabilność czułości	2 ppm/°C (15 °C ÷ 35 °C)
Czas stabilizacji	ok. 2,5 sek.

Tabela nr 3. Parametry wagosuszarki związane z pomiarem masy



PODSUMOWANIE

POMIAR MASY

Pomiar masy próbki za pomocą wagosuszarki wymaga okresowej adiustacji. Interwał pomiędzy adiustacjami nie powinien być zbyt długi. O stabilności wskazań w znacznej mierze decydują warunki użytkowania (ich zmienność). Z tego też powodu zaleca się wykonywać adiustację raz dziennie. Wagosuszarki serii MA.3Y oraz MA.R nie muszą być adiustowane takim wzorcem, jaki był używany w czasie produkcji. W menu wagosuszek można wybrać opcję adiustacji masą dowolną np. 20 g zamiast 50 g. Wykorzystując taką możliwość należy jednakże pamiętać, że obowiązuje zasada odwrotna względem tego, co pokazano na rysunku nr 2 dotyczącym adiustacji. Przy małej wartości masy adiustacyjnej nawet niewielki błąd adiustacji to ryzyko znacznych błędów wskazań dla mas powyżej 50% obciążenia maksymalnego. Wyjątkiem jest sytuacja, gdy masa próbki jest zawsze „taka sama” a jej wartość jest bliska wartości wzorca, jakim była wykonana adiustacja.

4.2. Pomiar wilgotności

Wynik wilgotności próbki jest wyliczany z dwóch pomiarów masy, początkowego (M_1) oraz końcowego (M_2 – masa próbki po suszeniu) zgodnie z poniższymi zależnościami:

$\%M = \frac{M_1 - M_2}{M_1} 100\%$	$\%D = \frac{M_2}{M_1} 100\%$	$\%R = \frac{M_1 - M_2}{M_2} 100\%$
wilgotność próbki (wilgotność względna odniesiona do masy wilgotnej)	zawartość masy suchej	wilgość / masa sucha (wilgotność bezwzględna odniesiona do masy suchej)

$$F = (m_1 - m_i) \cdot g$$

m_1 – masa początkowa próbki,

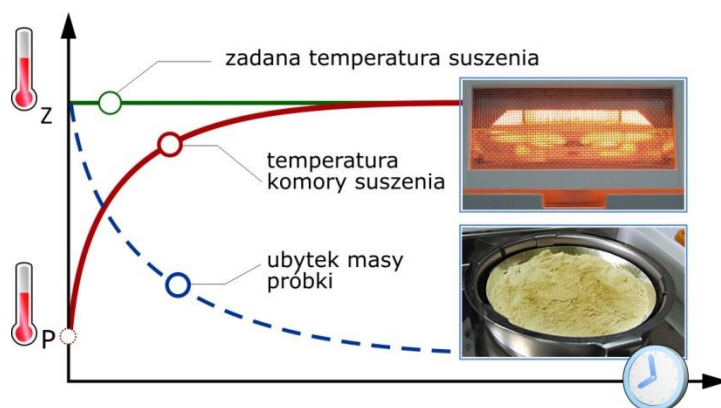
m_i – chwilowa masa suszonej próbki

g – przyspieszenie ziemskie

Na podstawie uzyskanych wyników możliwe jest również wyznaczanie zawartości tłuszczu w wołowninie i wieprzowinie. Te informacje są kalkulowane poprzez specjalny, dedykowany algorytm.

Jak wspomniano wcześniej, nie jest wymagana dokładna wartość dla masy początkowej próbki. Natomiast masa końcowa próbki wynika w znacznej mierze z jej stanu termicznego (stopnia nagrzania). Decydujące znaczenie w procesie suszenia ma, zatem TEMPERATURA. Jest to oczywiste, ponieważ stan termiczny próbki decyduje o tym ile wilgoci zostanie z niej usunięte.

Dla użytkowników wagosuszek nie jest tajemnicą, że zazwyczaj jest ona różna, zależnie od typu oraz rodzaju próbki. Wartość temperatury jest dobierana doświadczalnie. Dla pewnych typów próbek podczas ich ogrzewania występuje niekorzystne zjawisko tworzenia się nieprzepuszczalnych powłok, tzw. skorupa. Zatrzymuje ona wilgość wewnątrz próbki, toteż takie materiały wymagają odpowiedniej metodyki suszenia. Wszelkie problemy dotyczące próbki o ile są poprawnie rozpoznane można rozwiązać poprzez selekcję, przygotowanie, przechowywanie próbki, suszenie jej w odpowiedniej konfiguracji.



Rysunek 3. Wykres zmian zachodzących w komorze suszenia podczas suszenia

Przedstawiony na rysunku nr 3 wykres to typowy proces suszenia, w którym wraz ze wzrostem temperatury następuje ubytek masy próbki. O skuteczności tego procesu decydują dwa czynniki: temperatura oraz zdolność próbki do oddawania wilgoci. Poza temperaturą suszenia należy zdefiniować również inne parametry tego procesu takie jak wielkość próbki, sposób zakończenia procesu, model narastania temperatury itp. Zbiór tych czynników ogólnie nazywa się PARAMETRAMI SUSZENIA. Ich optymalizacja powinna odbywać się w czasie walidacji wagosuszarki lub walidacji kolejnych próbek. Celem takiego procesu jest wykazanie w sposób obiektywny, że wyniki uzyskiwane za pomocą wagosuszarki są zbieżne z wynikami, które uzyskuje się w metodach odwoławczych. Czasami decydujące znaczenie ma zastosowana metodyka postępowania z próbką, o czym będzie więcej informacji w dalszych rozdziałach.

Masa maksymalna próbki	Max
Zalecana minimalna masa próbki	ok. 2 g
Działka elementarna wilgotności	0,0001 % lub 0,001 %
Powtarzalność pomiarów wilgotności	+/- 0,05% (próbka ok. 2g), +/- 0,01% (próbka ok. 10g)
Wielkość szalki jednorazowej	ϕ 90 mm
Temperatura suszenia	40°C ÷ 160°C lub 40°C ÷ 250°C
Dokładność temperatury suszenia	+/- 2°C
Zakończenie procesu suszenia	automatyczne, ręczne, czasowe, definiowane
Element grzewczy	Promiennik IR (400 W) /opcja: halogen, grzałka metalowa/
Obszar roboczy	Maksymalna wysokość próbki ok. 20 mm
Sterowanie temperaturą suszenia	profile suszenia /standardowy, szybki, łagodny, schodkowy/

Tabela nr 4. Parametry wagosuszarki związane z pomiarem wilgotności

Analizując parametry związane z pomiarem wilgotności należy unikać pewnych powszechnych uogólnień, według których dokładność pomiaru wilgotności jest równa działce elementarnej. Jest to duża pomyłka. O tym jak dokładnie można zmierzyć poziom wilgoci w próbce decyduje wiele czynników stąd też:

działka elementarna wilgotności [%] ≠ dokładność pomiaru wilgotności [%]



KOMENTARZ

Z powyższego opisu dość jasno wynika, że kluczowym parametrem w procesie suszenia jest temperatura, jaka oddziałuje na próbkę. Wszystkie inne parametry mają drugorzędne znaczenie, choć mogą one znacząco wpływać na wynik suszenia. Wiemy, że w pomiarach masy stosuje się okresowe sprawdzenia wskazań wagi. Wykonuje się je poprzez porównanie wskazania wagi z masą wzorca, jaki jest postawiony na szalce wagi. W kontekście tego dla wagosuszarek należy okresowo kontrolować ten parametr, który jest najważniejszy, czyli temperaturę suszenia. Do tego celu służy termometr kontrolny, który posiada świadectwo wzorcowania (powiązanie z wzorcem wyższego rzędu). RADWAG oferuje takie aplikacje dla własnych, wagosuszarek w postaci zestawów kontrolnych lub usług. Dokładniejszy opis procedury kontrolnej znajduje się w części metrologicznej tego opracowania.

Pewną alternatywą dla kontroli temperatury suszenia wykonywanej za pomocą termometru mogą być zestawy próbek o potencjalnie znanej wilgotności (tzw. zeolity), które suszy się w określonych temperaturach. Wadą tego rozwiązania jest to, że wynik wilgotności uznaje się za poprawny, gdy mieści się on w tolerancji np. 1 % lub więcej. Trudno tu mówić, zatem o kontroli dokładności suszenia, raczej o sprawdzeniu tego czy urządzenie działa zgodnie z przeznaczeniem. Takie rozwiązanie nie jest poprawne z metrologicznego punktu widzenia, ponieważ w wyniku testu nie można jednoznacznie określić dokładności dla pomiaru wilgotności. Takie podejście będą negować dystrybutorzy tych próbek, ale nawet pobieżna lektura dokumentacji (zazwyczaj instrukcja) nie pozostawia żadnych wątpliwości.

Sprawdzanie wskazań wilgotności wagosuszarek byłoby możliwe, ale tylko wówczas, gdy osiągalne będą certyfikowane wzorce wilgotności. Jak na razie takie produkty nie są dostępne. W krajach poza UE test dokładności suszenia dla wagosuszarki wykonuje się wykorzystując piasek kwarcowy i wodę destylowaną. Są to dwie próbki o odpowiednim poziomie neutralności, które pozwalają wyznaczyć dokładność suszenia. Przykład:

- masa piasku = 10 g, masa wody = 2 g
- M1= 10 g + 2 g = 12 g (do piasku dodajemy wodę)
- M2 = 10 g (woda jest usuwana w czasie suszenia), więc wilgotność wynosi:

$$w = \frac{12 \text{ g} - 2 \text{ g}}{12 \text{ g}} 100\% = 83,3 \%$$

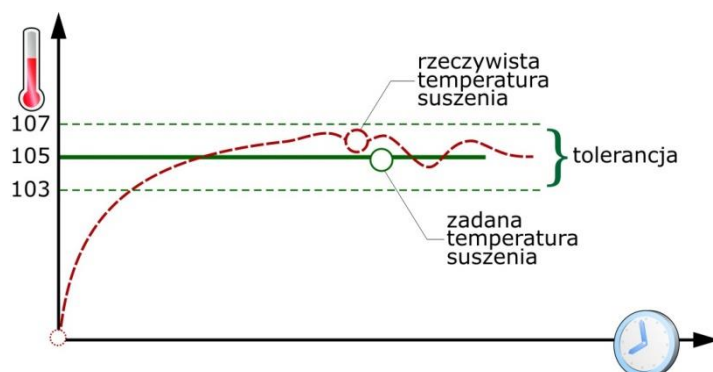
Wystarczy porównać otrzymany wynik wilgotności wagosuszarki z wartością teoretyczną. Różne proporcje składników (woda/piasek) pozwalają na badanie całego zakresu pomiarowego. Praktycznie taki test wykonuje się w 5 punktach pomiarowych – jest to metodyka urzędu miar. W praktyce nie ma konieczności tak szczegółowej kontroli.

Widok termometru kontrolnego, jaki jest zalecany przez Radwag pokazuje zdjęcie. Taki zestaw jest stosowany dla wagosuszarek od końca 2012 roku. Dla modeli produkowanych wcześniej sonda termometru była wsuwana do wnętrza komory suszenia poprzez specjalny otwór w przedniej szybie komory suszenia.

Tak jak każdy proces, tak również ten związany z kontrolą temperatury suszenia ma własne tolerancje. Wielkość tych tolerancji wynika z możliwości pomiarowych urządzenia oraz gradientu temperatury, jaki występuje w komorze suszenia. Pokazuje to poniższy wykres



Zdjęcie nr 3. Termometr kontrolny wagosuszarek MA.R/MA.3Y (od 11.2012)



Rysunek nr 4. Kontrola temperatury suszenia



PODSUMOWANIE POMIAR WILGOTNOŚCI

W przypadkach, gdy wagosuszarka jest wykorzystywana tylko do pomiarów wilgotności, nie ma konieczności skalowania jej wskazań poprzez adiustację wzorcem masy. Błąd pomiaru masy początkowej próbki, nawet w wielkości 0,2 g nie ma żadnego wpływu na końcowy wynik wilgotności, wynik wlicza się na podstawie różnicy wskazań mas. Z tego też powodu zdecydowana większość wagosuszarek nie posiada tzw. wbudowanej adiustacji wewnętrznej.

Zmienność temperatury suszenia względem temperatury zadanej w wielkości $2^{\circ}\text{C} \div 3^{\circ}\text{C}$ nie wpływa istotnie na wynik wilgotności próbki. Z tego też powodu nawet wymagania, jakie zawierają metody referencyjne (EN/PN) podają temperaturę suszenia np., jako $130^{\circ}\text{C} (\pm 3^{\circ}\text{C})$. To jak znaczna odchyłka temperatury suszenia wpływa na wynik wilgotności wymaga szeregu badań. Można jednakże stwierdzić, że:

- Za niska temperatura suszenia = niedosuszenie próbki, wilgotność za niska względem wartości prawdziwej
- Za wysoka temperatura suszenia = spalanie próbki, wilgotność za wysoka względem wartości prawdziwej

Nie bez znaczenia jest efekt pochłaniania ciepła przez próbki o ciemnej kolorystyce.

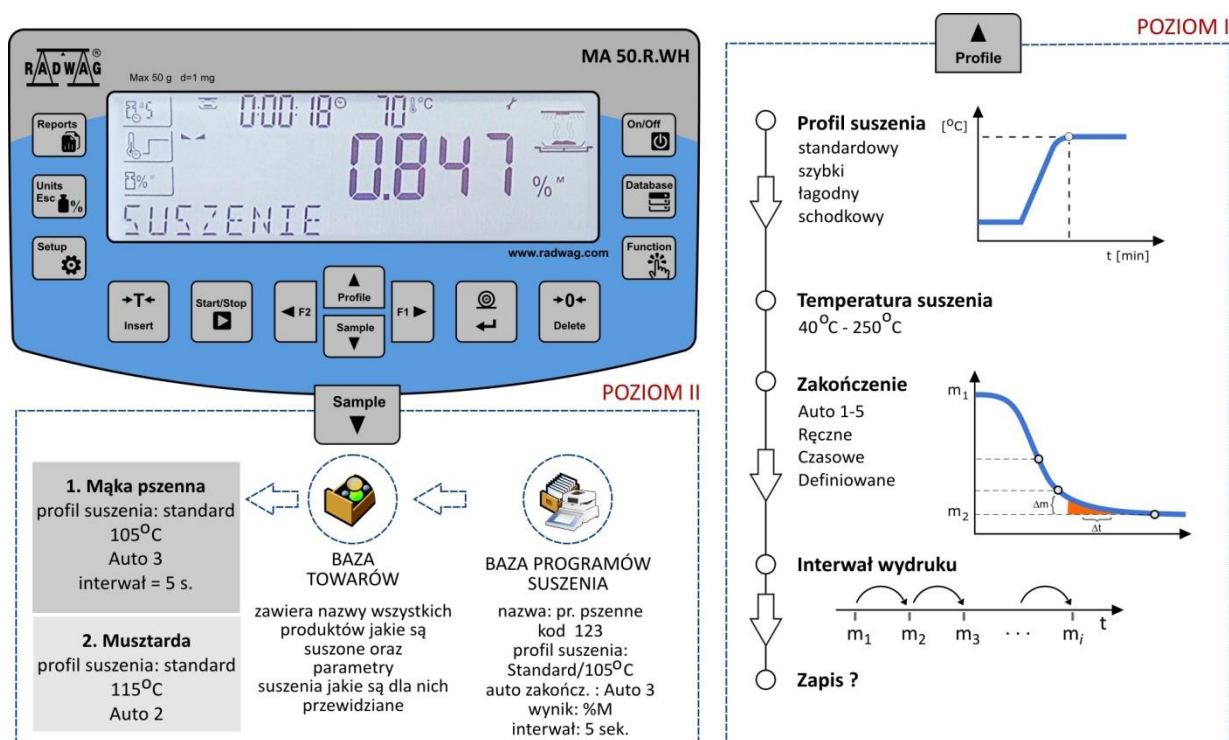
5. Możliwości funkcjonalne wagosuszarek MA.R / MA.3Y

Od wielu urządzeń wymaga się nie tylko dokładności, ale również ergonomii w zakresie obsługi. Dostęp do aplikacji musi być szybki i intuicyjny, w dużym stopniu zautomatyzowany. Taka platforma programowo – sprzętowa jest podstawą dla osiągnięcia sukcesu w dystrybucji oraz upowszechnienia się określonych standardów w zakresie funkcjonalności.

W przypadku wagosuszarek produkcji Radwagu wyróżnia się dwa poziomy funkcjonalności. PIERWSZY pozwala na szybkie rozpoczęcie pracy z dowolną próbką w związku z tym oferuje elastyczny (programowalny) wybór:

- profilu suszenia
- temperatury suszenia
- opcji Auto Zakończenia
- jednostki miary (%M, %D itp.)

Takie menu w przypadku wagosuszarek serii MA.R ma strukturę kaskadową – zmiana jednego z parametrów wymaga przeglądu wszystkich nawet, jeżeli nie ulegają one zmianie.



Rysunek nr 5. Wagosuszarka MA.R – menu związane z suszeniem

Drugi poziom funkcjonalności wykorzystuje bazy danych wagosuszarki takie jak TOWARY oraz PARAMETRY SUSZENIA. Pozwalają one na zdefiniowanie wszystkich towarów, jakie mogą podlegać suszeniu oraz wszystkich ustawień w zakresie parametrów suszenia. Powiązanie wzajemne tych informacji jest wystarczające do zautomatyzowania szeregu czynności. Użytkownik wybiera tylko nazwę towaru a parametry suszenia zostaną ustawione automatycznie.



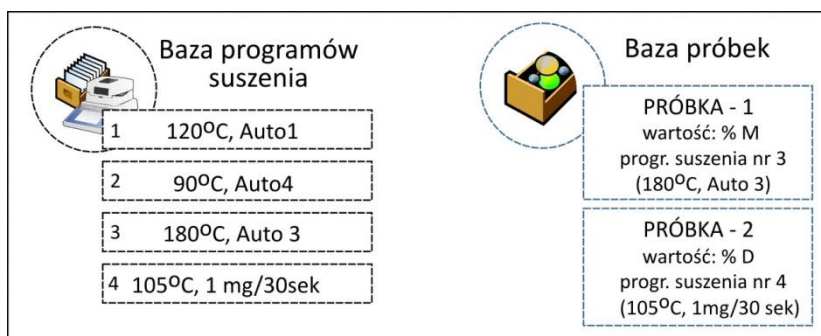
Rysunek nr 6. Wagosuszarka MA.3Y – menu związane z suszeniem

W przypadku wagosuszarek serii MA 3Y dzięki zastosowaniu interfejsu graficznego znacznie prostszy jest wybór elementów z POZIOMU I. Zwiększa on w znaczący sposób czytelność oraz intuicyjność a co za tym idzie również ergonomię całego urządzenia.

POZIOM II wykorzystuje podobnie jak przypadku wagosuszarek serii MA.R bazy danych oraz bazy programów suszenia. Metodyka zaprojektowana dla POZIOMU II przebiega według schematu:

- zdefiniowanie towaru w Bazie Danych poprzez:
 - nazwę
 - kod, kod EAN
 - masę
 - opis
 - tolerancję itd.
 - nazwę programu suszenia
- zdefiniowanie programu suszenia w Bazie Programów Suszenia w postaci:
 - temperatura suszenia
 - profil suszenia
 - tryb zakończenia
 - kontrola masy
 - przygotowanie próbki, wyposażenia (opis)
- wybór nazwy próbki do suszenia (parametry suszenia zostaną przywołane automatycznie).

Proces suszenia może być wspierany przez mechanizmy programowe w różnoraki sposób. Jak wspomniano wcześniej dobrym rozwiązaniem jest walidacja metody wagosuszkowej czyli dopasowanie jej parametrów celem uzyskiwania wyników zbliżonych z wynikami metod odwoławczych. Efektem tych działań są ściśle określone parametry suszenia. Mogą one być zapisane (trwale) w pamięci wagosuszarki i być powiązane z konkretnym produktem. Opis produktu zawiera wszelkie informacje związane z jego masą, tolerancjami ważenia, kodem, opisem, kodem EAN itp. Dzięki temu wyszukiwanie próbki w bazie danych jest szybkie i proste. Wraz z wybraną próbką przywoływane są odpowiednie parametry suszenia (baza programów suszenia).

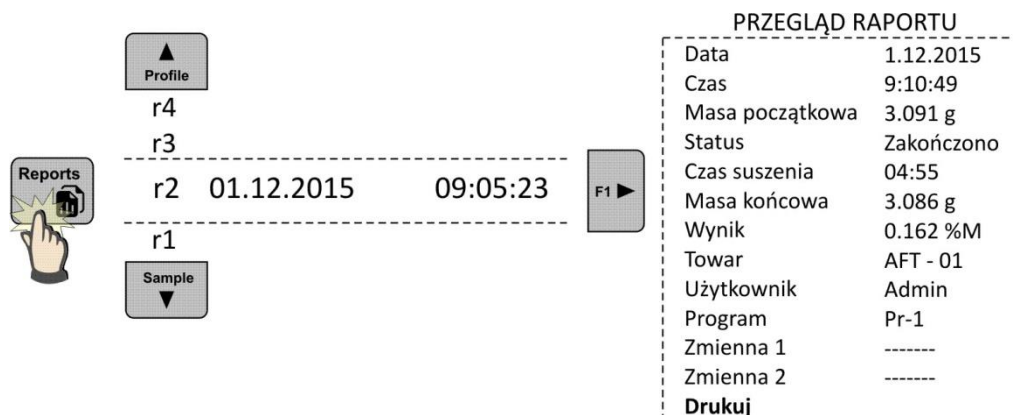


Rysunek nr 7. Bazy programów suszenia oraz Produktów

Wyniki z procesu suszenia są na bieżąco rejestrowane, przesyłane i zapisywane w pamięci wagosuszarki. Efektem tych działań jest wykres (MA.3Y) oraz raport z procesu suszenia. Stanowi on dokument weryfikujący próbkę wraz z jej faktycznym stanem wilgotności.

-----Raport suszenia-----	
Data	26.10.2015
Czas	12:41:03
Użytkownik	Nowak
Towar	Próbka - 1
Program	Temperatura -120
Parametry suszenia	
Profil	Standardowy
	120°C
Zakończenie	Auto1
	1mg/10s
Wynik	%M
Interwał	5s
Masa pocz.	2.814 g
0:00:00	0.000 %M
0:00:05	0.000 %M
0:00:10	0.036 %M
.....	
0:08:15	11.052 %M
Status	Zakończony
Masa końcowy	2.503 g
Wynik	11.052 %M

Raport z suszenia jest trwale przechowywany w pamięci wagosuszarki, wydruk nie jest, więc bezwzględną koniecznością. Po wybraniu raportu można go przeglądać, drukować lub eksportować.



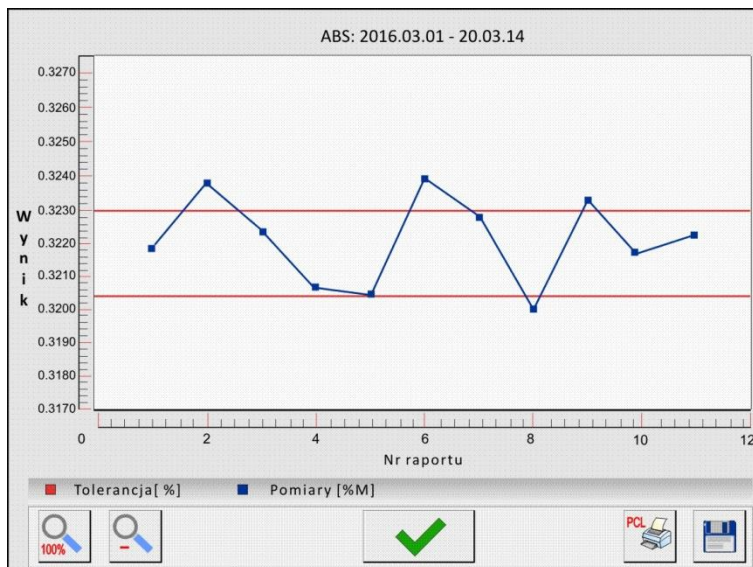
Rysunek nr 8. Wybór i przegląd raportów z suszenia – wagosuszarka MA.R

Przegląd kończy się opcją wydruku, która zawiera znacznie więcej informacji.

-----Raport suszenia-----	
Data	01.12.2015
Czas	9:10:49
Użytkownik	
Towar	
Program	
Parametry suszenia	
Profil	Standardowy 200°C
Zakończenie	Auto5 1mg/120s
Wynik	%M
Interwał	30s
Masa pocz.	3.091 g
0:00:00	0.000 %M
0:00:30	0.065 %M
0:01:00	0.065 %M
0:01:30	0.065 %M
0:02:00	0.097 %M
0:02:30	0.097 %M
0:03:00	0.129 %M
0:03:30	0.129 %M
0:04:00	0.162 %M
0:04:30	0.162 %M
0:04:55	0.162 %M
Status	Zakończony
Masa końcowa	3.086 g
Wynik	0.162 %M

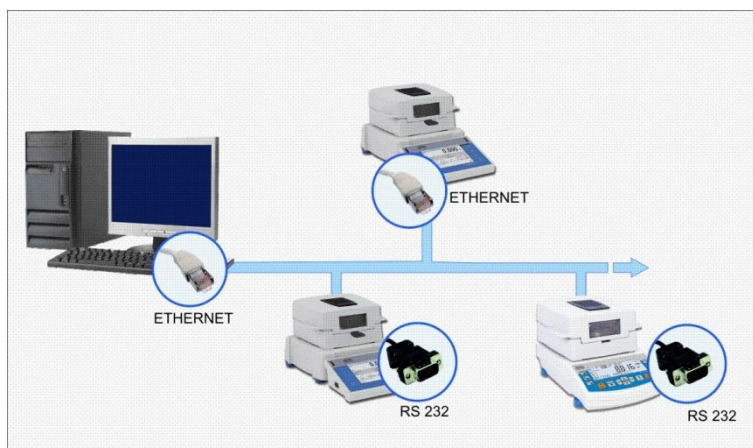
Przykład wydruku raportu z wykonanego suszenia

Jeżeli ten sam produkt jest suszony wielokrotnie to automatycznie generowany wykres trendu wilgotności w czasie (tylko MA.3Y). Jest to jeden z elementów monitorowania cyklu produkcyjnego. Taka opcja jest możliwa tylko wówczas, gdy produkt jest wybierany z bazy danych.



Rysunek nr 9. Trend wilgotności w czasie – wagosuszarka MA.3Y

W bardziej zaawansowanych rozwiązaniach informatycznych wagosuszarki łączy się z systemami nadzoru i monitoringu typu ERP. Poprzez to uzyskuje się możliwość obserwacji on-line pracy wielu operatorów, wizualizacji wszystkich procesów oraz aktualizacji baz danych każdego urządzenia.



Rysunek nr 10. Kopiowanie danych

Dzięki zastosowaniu opcji kopiowania parametrów takich jak profile użytkownika, bazy towarów, bazy parametrów suszenia, wdrożenie nowej wagosuszarki do użytkowania nie stanowi żadnego problemu. Gotowe i kompatybilne urządzenie jest gotowe do pracy prawie natychmiast. Nowa wagosuszarka będzie posiadać takie same ustawienia jak stosowana dotychczas. Każdy operator posiada pewien poziom uprawnień, poprzez co ogranicza się możliwość pomyłki zwłaszcza w przypadku personelu, który dopiero wdraża się do tego typu zadań. Dodatkowo wagosuszarka posiada własne mechanizmy autokontroli, które np. poprzez wydruk wykazują poprawność działania w zakresie pomiaru masy czy też temperatury suszenia. Jest to szczególnie pomocne w czasie projektowania i realizacji procedur SOP, GMP.

6. Pierwszy test suszenia

Po ustawieniu i uruchomieniu wagosuszarki czas na pierwszy test suszenia. W tym procesie można wykorzystać dowolną próbkę, ponieważ raczej interesuje nas metodyka postępowania niż wynik wilgotności. Każda wagosuszarka MA.R posiada przycisk START/STOP, po jego naciśnięciu należy:

- wytarować szalkę, celem określenia masy netto próbki nieobarczonej zmianą punktu zerowego wagosuszarki (1),
- otworzyć komorę suszenia i umieścić próbkę na szalce (2),
- zamknąć komorę suszenia,
- zostanie uruchomiony układ lamp grzewczych, proces suszenia zostanie rozpoczęty (3)

Wagosuszarka serii MA.3Y posiada dotykowy panel operatora a komunikaty związane z suszeniem wyświetla w dolnym pasku informacyjnym. Kolejność postępowania jest taka sama jak w przypadku wagosuszek MA.R



Powyższy proces suszenia odbędzie się według ustawień domyślnych lub ostatnich używanych w zakresie temperatury suszenia oraz trybu zakończenia procesu suszenia. Docelowo parametry te powinny być optymalizowane względem próbki lub typu próbek, jakie będą suszone.



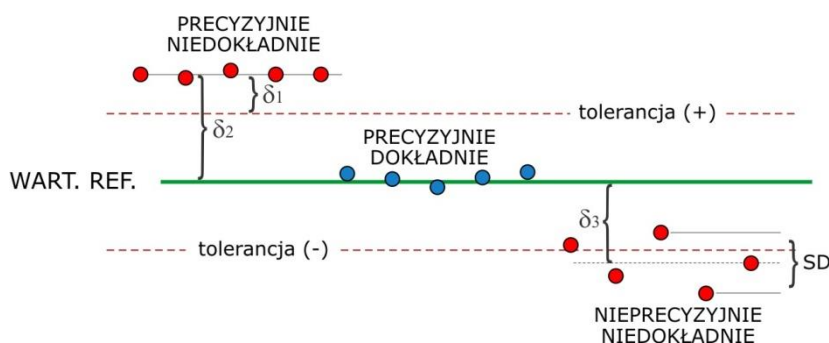
KOMENTARZ

Pierwsze testy mają na celu zapoznanie się z możliwościami funkcjonalnymi wagosuszarki oraz sprawdzenie jej poprawnego działania. Suszenie z pierwotnie ustawionymi parametrami suszenia (ustawienia fabryczne) może dać wynik dalece odbiegający od wyniku oczekiwanego. Pewna grupa użytkowników mają na uwadze zapisy z metod referencyjnych chce suszyć substancje o dość znacznych masach. Jest to oczywiście możliwe, ale czas analizy będzie wówczas dość długi. Trzeba pamiętać o tym, że idea zastosowania wagosuszarki to uzyskanie wyniku w miarę dokładnego i w krótkim czasie w stosunku do czasu, jaki wynika z metody znormalizowanej.



7. Dokładność procesu suszenia

Dokładność to nic innego jak różnica między wynikiem uzyskanym a wynikiem prawdziwym. Ocena tego parametru wymaga, więc informacji o rzeczywistej wilgotności próbki. Można ją uzyskać z certyfikatu badanego produktu (o ile go posiada) lub w wyniku testów wykonanych metodą referencyjną. Z praktyki można stwierdzić, że większość użytkowników wiedzy takiej nie posiada. Tak, więc trudno mówić w takich przypadkach o dokładności w procesie suszenia.



Rysunek nr 11. Dokładność i precyzja w procesach suszenia



KOMENTARZ

Uzyskiwanie takich samych wyników oznacza precyzję pomiarów, ale niestety nie jest to jednoznaczne z dokładnością. Pokazują to błędy oznaczone, jako δ_1 oraz δ_2 . Najgorszym przypadkiem jest seria pomiarów cechująca się znacznym rozrzutem (SD) oraz sporym błędem (3) $\omega\alpha\rho\tau\omicron\chi\iota$ średniej względem wartości Referencyjnej. Brak precyzji wynika głównie z niewłaściwej metody suszenia. Ten defekt można minimalizować. Brak dokładności wynika głównie z niewłaściwej temperatury suszenia. Znając wartość Referencyjną problem jest dość prosty do wyeliminowania.

Co zatem?

W wielu branżach stosuje się wartości progowe dla wilgotności próbki, np. „nie może ona przekroczyć 7,5 %”. Jeżeli podczas testu ten warunek jest spełniony, to próbkę uznaje się za poprawną. Ponieważ jest ona reprezentatywną próbką z większej partii, to tym samym tę partię towaru uznaje się również za spełniającą wymagania. Jest to zrozumiałe, jeżeli uwzględni się fakt, iż wagosuszarki są używane, jako narzędzie kontrolne w procesie produkcji. Tu obowiązują limity progowe (nie więcej niż) lub tolerancje (+/-) względem ustalonej wartości. Takie podejście wydaje się racjonalne pod warunkiem, że używa się poprawnej metodyki, która powinna uwzględniać:

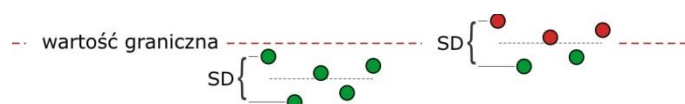
- Sposób poboru próbki, taki, który zapewnia to, że analizowana próbka będzie odzwierciedlać w możliwie najlepszy sposób stan faktyczny pewnej partii towaru. Wymagane jest, zatem mieszanie (dla cieczy, produktów półpłynnych), lub pobór próbki z kilku różnych miejsc.
- Sposób przygotowania próbki do suszenia (cięcie, mielenie, rozgniatanie, rozdrabnianie, kruszenie itp.)

- Elementy wspomagające suszenie, (jeżeli są wymagane). Są nimi zazwyczaj filtry z włókien szklanych, które chronią powierzchnię próbki przed nadmiernym wzrostem temperatury. Inną funkcją może być zwiększenie powierzchni czynnej oddawania wilgoci (tu również piasek kwarcowy).
- Warunki zakończenia procesu suszenia (graniczna zmiana masy w jednostce czasu, czyli zazwyczaj $\Delta m/\Delta t$ lub zmiana wilgotności w czasie $\Delta w/\Delta t$).



Rysunek nr 12. Procesy związane z przygotowaniem próbki

W wielu przypadkach dąży się do ustalenia takiej zawartości wilgoci w produkcie, która jest blisko wartości granicznej. Dotyczy to większości próbek w opakowaniach jednostkowych. Zbyt mała ilość wilgoci w próbce to większa ilość produktu celem uzyskania wymaganej masy netto. Dla produkcji masowej mogą to być dość duże „straty”. Optymalizacja parametrów suszenia jest tu wręcz koniecznością. Powinna ona uwzględniać rozrzut wskazań, który jest cechą charakterystyczną każdego pomiaru.



Rysunek nr 13. Limit produkcyjny a wartość średnia

Znacznym wsparciem jest tu doświadczenie producenta. Radwag od ponad 10 lat prowadzi taką działalność dla szerokiego spektrum próbek wykonując badania porównawcze. Efektem tej działalności są tzw. Karty Produktów dotyczące optymalizacji procesu suszenia. Są one jednym z elementów informacji o wagosuszarkach (strona internetowa <http://www.radwag.pl>)

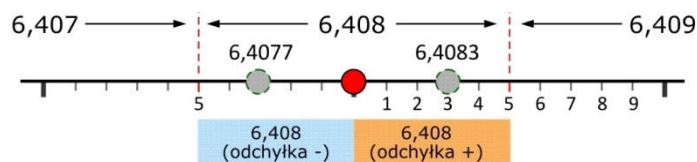
Najlepszą dokładność, jaką można uzyskać w procesie suszenia podaje zazwyczaj karta katalogowa producenta. Testy w ramach takich badań wykonuje się za pomocą materiałów referencyjnych, które cechują się dobrymi właściwościami w zakresie uwalniania wilgoci. Ustalenie dokładności pomiaru wilgotności dla konkretnej próbki wymaga szeregu testów, podczas których modyfikuje się zarówno metodykę jak i parametry suszenia.

Uzyskany wynik jest zazwyczaj gorszy niż ten podawany przez producenta. Jest to wynikiem specyfiki rzeczywistej próbki, która diametralnie różni się od tej referencyjnej. Zachodzą w niej pewne zmiany termiczne takie jak częściowe spalanie, uwalnianie wysoce lotnych składników, zasklepianie się (skorupa na powierzchni), ewentualna niejednorodność, efekt pochłaniania wilgoci z otoczenia (proszki), nieodpowiednia metodyka suszenia. To wszystko powoduje znaczne pogorszenie się powtarzalności wskazań a co za tym idzie dokładności wskazań. Jak wiadomo pewnych cech próbki nie da się wyeliminować, więc zaleca się realistyczne podejście w zakresie dokładności pomiaru wilgotności.

7.1. Wielkość próbki a dokładność pomiaru wilgotności

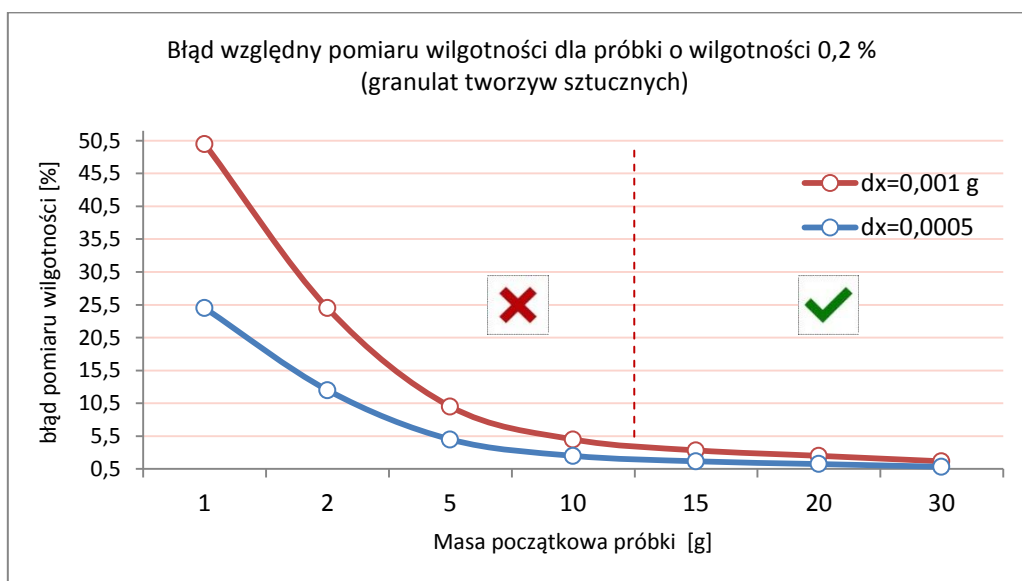
Podane na początku tego rozdziału informacje dotyczą sytuacji, gdy masa próbki jest optymalna. Odchylenie w dokładności pomiaru wilgotności wynika tylko z metodyki lub z nieodpowiedniej temperatury suszenia.

Wagosuszarka jak każde urządzenie pomiarowe cechuje się pewnym błędem pomiaru, który powinien być uwzględniany w niektórych przypadkach. Jak wiadomo dla wyliczenia wilgotności należy wykonać dwa pomiary masy (początkowy i końcowy). Nawet dla idealnego cyklu pomiarowego istnieje duże prawdopodobieństwo tego, że, wynik końcowy jest obarczony błędem wynikającym z zaokrągleń. Pokazuje to rysunek.



Rysunek nr 14. Zaokrąglenie wyniku pomiaru dla urządzeń cyfrowych

Jak łatwo można odczytać z rysunku, wynik posiada pewną odchyłkę dodatnią lub ujemną. Ta odchyłka jest poza obserwowalnym dla użytkownika zakresem pomiarowym wagosuszarki. Oczywiście nie należy wykluczyć tego, że odchyłka ta ma wartość zero, ale jest raczej przypadek a nie prawidłowość. Dla wagosuszarki z działką elementarną $d=0,001$ g wielkość odchyłki wynikającej z ewentualnych zaokrągleń wynosi $\max \sim 0,001$ g. Jest to błąd bezwzględny urządzenia. Teraz łatwo jest określić optymalną masę próbki w kontekście wymaganego błędu względnego. Jest to wykorzystywane wszędzie tam, gdzie wilgotność próbki jest bardzo mała, rejestrowany jest bardzo mały ubytek masy po suszeniu. Dotyczy to wszelkiego rodzaju granulatów tworzyw sztucznych.



Wykres nr 1. Wielkość błędu względnego dla granulatów tworzyw sztucznych
zależnie od wielkości masy próbki użytej w czasie suszenia.

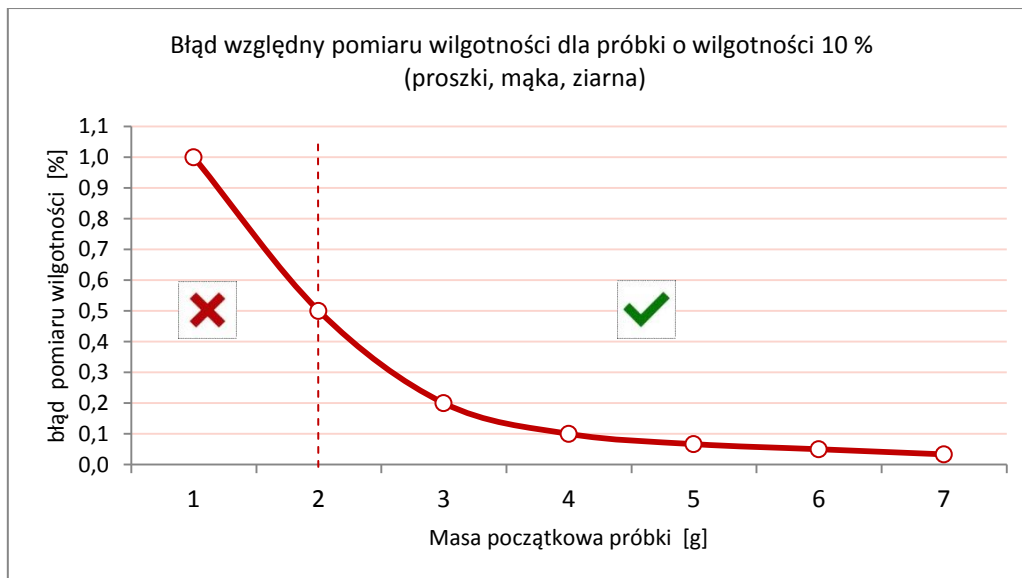
Dla próbek o małych masach 3 – 5 g występuje duży błąd względny pomiaru, co jest nie do zaakceptowania. Wartość tego błędu znacznie maleje wraz ze wzrostem masy początkowej próbki. Z tego też względu podczas suszenia wszelkiego rodzaju granulatów należy stosować masy, co najmniej 10 g lub więcej. Zastosowanie wagosuszarki o nieco mniejszym błędzie bezwzględnym ($dx=0,0005$) nie jest tym rozwiązaniem, które będzie skuteczne w kontekście zastosowania małej masy początkowej próbki.

Należy tu zaznaczyć, że większość wagosuszarek dla zakończenia procesu suszenia wykorzystuje tzw. tryby Auto. W dużym skrócie jest to kontrola stabilności masy suszonej próbki w skali 0,001 g w pewnym okresie czasu. Stąd też wynika możliwość pomyłki, o co najmniej 0,001 g z tytułu zaokrągleń. Nie uwzględnia się tu stanu termicznego próbki, czyli przypadków, w których:

- temperatura jest za niska i występuje efekt, niedosuszenia próbki
- temperatura jest za wysoka i następuje efekt sklejanie się części próbki

Te tryby Auto Zakończenia można zastąpić innym warunkiem (definiowanym) np. zmiana masy próbki 0,3 mg w czasie 30 sek. Przy takim warunku może wystąpić problem oscylacji wyniku końcowego, co znacznie wydłuży czas suszenia. Alternatywnym rozwiązaniem jest suszenie w ściśle określonym czasie. Przy poprawnie dobranej temperaturze suszenia stosuje się stały czas suszenia, po którym z pewnością usunięta zostanie z próbki cała wilgość. Te zagadnienia zostaną omówione w dalszej części opracowania.

Inaczej to zagadnienie przedstawia się dla próbek o średniej wilgotności około 10 %. Dla nich można stosować znacznie mniejsze masy próbek, ponieważ wpływ błędu względnego na wynik pomiaru jest pomijalny. Pokazuje to poniższy wykres.

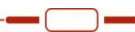


Wykres nr 2. Wielkość błędu względnego zależnie od wielkości masy próbki użytej w czasie suszenia. Wykres dla próbek o wilgotności 10 %



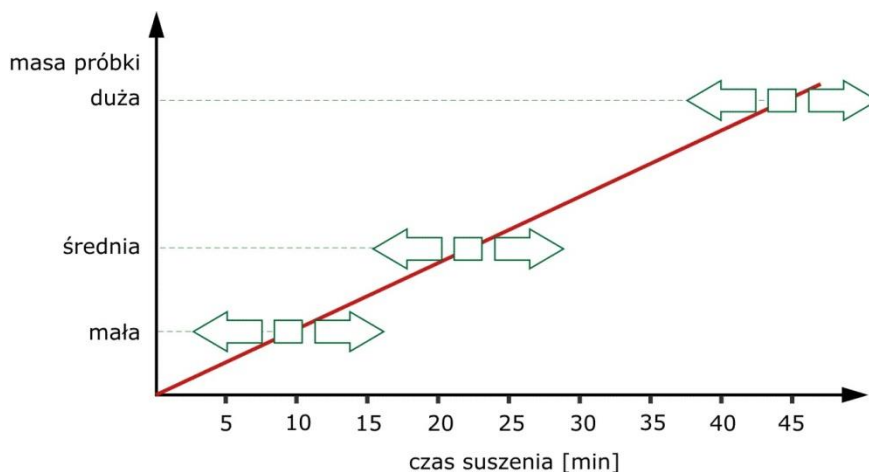
PODSUMOWANIE DOKŁADNOŚĆ POMIARU A WIELKOŚĆ PRÓBK

Dokładność procesu suszenia jest zagadnieniem dość złożonym, ponieważ jest ona zależna od wielu czynników. Wymaga się odpowiedniej temperatury suszenia, optymalnej masy próbki, metodyki adekwatnej do typu próbki itd. Osiąganie pożądanych wyników powinno się opierać na badaniach porównawczych, co jednoznacznie wskazuje na konieczność walidacji metody. Uznane za referencyjne (odwoławcze) zawsze dają wynik pokazujący rzeczywisty stan próbki. Wagosuszarka jest uzupełnieniem tych metod i wymaga optymalizacji parametrów suszenia.



7.2. Sposób zakończenia procesu a dokładność pomiaru wilgotności

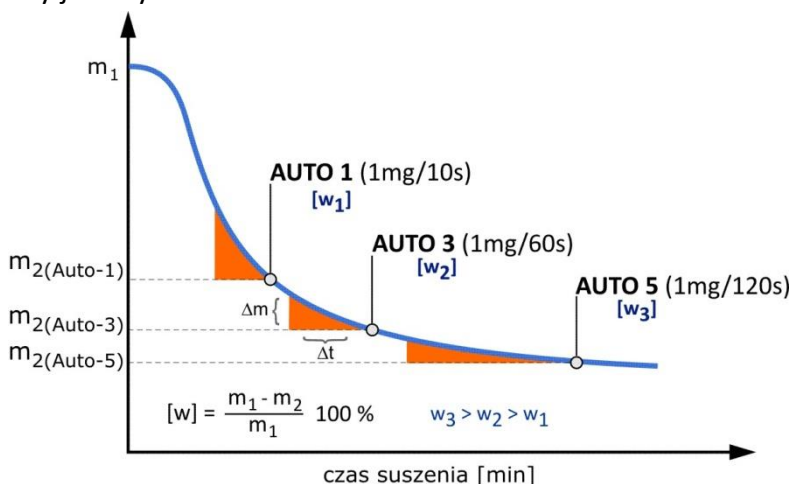
Proces suszenia może być zakończony w sposób ręczny (przez użytkownika), czasowy (po upływie wskazanego czasu) oraz automatyczny. Ingerencja operatora (sposób ręczny) nie wymaga komentarza. Gdy założony czas suszenia będzie zbyt krótki, to otrzymamy zbyt niską zawartość wilgoci. Zbyt długi czas też nie jest pożądany. Jego długość należy dobrać doświadczalnie i z pewnością jest on ściśle związany z wielkością masy suszonej, co pokazuje w ogólnym ujęciu poniższy wykres.



Rysunek nr 15. Zależność stałego czasu suszenia od masy początkowej próbki

Im większa masa próbki tym wymagany jest dłuższy czas suszenia potrzebny do całkowitego usunięcia wilgoci. Duże znaczenie ma w tym przypadku typ próbki oraz jej zdolność do oddawania wilgoci.

W przypadku stosowania trybów automatycznego zakończenia (Auto 1 – 5) można uzyskać pewną zmienność końcowego wyniku wilgotności. W czasie cyklu sprawdza się stabilność masy suszonej próbki w ustalonym czasie. O ile zmienność masy jest domyślnie stała i wynosi 1 mg, to czas można wybrać z przedziału od 10 sekund do 120 sekund. Dłuższe oczekiwanie na zakończenie procesu suszenia pozwala na odparowanie większej porcji wilgoci, co wpływa na wynik końcowy. Wilgotność otrzymana przy zastosowaniu trybu Auto 5 jest, więc większa niż ta otrzymana wówczas, gdy używany jest tryb Auto 1.



Rysunek nr 16. Tryb Auto zakończenia procesu suszenia a dokładność pomiaru

Rozwinięciem trybów zakończenia Auto jest możliwość zdefiniowania własnego kryterium zakończenia procesu suszenia. Dla wagosuszarki MA.3Y kryterium to może mieć postać:

- dowolna zmiana masy w dowolnym czasie, $\Delta m / \Delta t$, (MA.3Y, MA.R)
- dowolna zmiana wilgotności w dowolnym czasie, $\Delta w / \Delta t$, (MA.3Y)



KOMENTARZ

Zakres zmian wilgotności próbki, jaki można uzyskać w wyniku zastosowania różnych trybów Auto jest zależny w znacznej mierze od typu próbki. Nie należy jednakże oczekiwać, że różnice te będą kilku procentowe. Jeżeli takie różnice są uzyskiwane to raczej ich głównym powodem jest zbyt niska temperatura suszenia lub efekt tworzenia się nieprzepuszczalnych powłok na powierzchni próbki.

8. System ogrzewania próbki w komorze suszenia

Typowy proces ogrzewania próbki wydaje się mało skomplikowany: umieść próbkę obok źródła ciepła a jej temperatura wzrośnie. Prostota jest zazwyczaj niezawodna, (bo nie ma, co się zepsuć), ale nie zawsze wydajna. Obecnie potrzeby w zakresie procesów suszenia wymagają szybkości i elastyczności aplikacji. Żeby to osiągnąć należy zbudować urządzenie, którego zasada działania oparta jest na wiedzy potwierdzonej przez szereg badań. Tak powstały dwie linie wagosuszarek Radwagu: MA.R oraz MA.3Y. Obie wykorzystują promieniowanie podczerwone do ogrzewania próbki.

8.1. Teoria podczerwieni w skrócie

Kiedy energia podczerwona ze źródła (IR) pada na próbkę lub obiekt roboczy, to nie cała jej ilość jest absorbowana. Część energii podczerwieni może być odbita lub przekazana, więc nie ogrzewa bezpośrednio próbki i może być całkowicie stracona w procesie suszenia. Ilość energii zaabsorbowanej, odbitej lub przekazanej jest zależna od długości fali promiennika podczerwieni oraz rodzaju powierzchni, na którą pada. Te i inne ważne zmienne mają znaczny wpływ na skuteczność działania energii cieplnej.

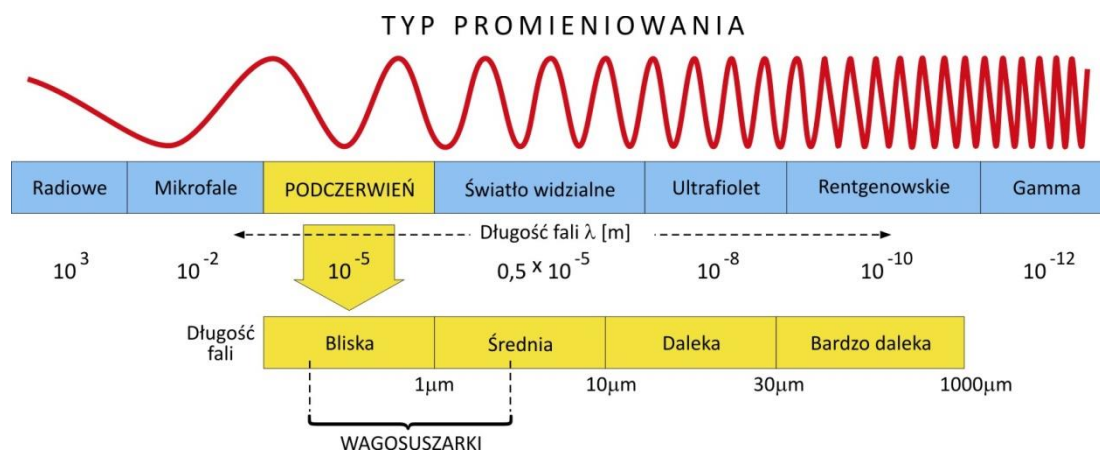
Kiedy energia podczerwieni przekształci się w ciepło w kontakcie z powierzchnią, ciepło przemieszcza się po obiekcie roboczym poprzez przewodność. Materiały takie, jak metale, mają wysoką przewodność cieplną i szybko przekażą ciepło równomiernie do całej swej objętości. W przeciwieństwie do nich, plastiki, drewno i inne materiały mają niską przewodność cieplną, a ich powierzchnie mogą osiągać wysokie temperatury na długo przed tym, jak temperatura wewnętrzna wzrośnie dostrzegalnie – stąd tzw. efekt „skorupy” jaki tworzy się na powierzchni niektórych próbek.

Większość materiałów (z wyjątkiem szkła i niektórych plastików) jest nieprzenikliwa dla podczerwieni i energia jest albo absorbowana, albo odbijana. Szkło, przezroczyste folie plastikowe mogą przesyłać znaczną część padającego na nie promieniowania. Suszenie tych materiałów tylko poprzez promieniowanie wydaje się niezasadne.

8.2. Metody ogrzewania próbki w komorze suszenia

Standardowym źródłem ciepła w wagosuszarkach serii MA.3Y oraz MA.R jest promiennik podczerwieni IR, który pracuje w pętli sprzężenia zwrotnego z czujnikiem temperatury. Zapewnia to stabilność warunków termicznych w czasie analizy. Opracowana przez Radwag metoda dynamicznego sterowania temperaturą w komorze suszenia jest jednym z elementów pozwalających uzyskiwać krótki czas analizy i powtarzalność w serii suszeń.

Poza źródłem IR w komorze suszenia może być zainstalowana lampa typu HAL (halogen) lub grzałka oporowa. Zasadnicza różnica pomiędzy tymi elementami grzejnymi dotyczy metody transmisji ciepła do powierzchni próbki. Lampy typu IR oraz HAL do przekazywania ciepła wykorzystują zjawisko emisji fal w zakresie od $0,76\mu\text{m}$ do $1000\mu\text{m}$. W zasadzie obydwie źródła ciepła są de facto promiennikami podczerwieni, ale pracującymi z różnymi długościami fal. Inne nazewnictwo wynika z potrzeby ich rozróżniania.



Rysunek nr 17. Widmo fal elektromagnetycznych z wyszczególnieniem zakresu wagosuszarek

Ogólny podział promienników uwzględniając długość fali zawiera trzy pozycje:

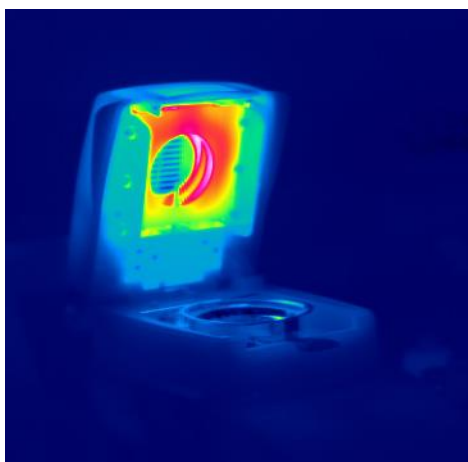
- **IRS** (infrared short) - promieniowanie krótkofalowe, długość fali IR $1,2\mu\text{m}$.
- **IRM** (infrared medium) - promieniowanie średniofalowe, długość fali IR $3\mu\text{m}$.
- **IRL** (infrared long) - promieniowanie długofalowe, długość fali IR $5\mu\text{m}$.

Ten 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. W kontekście procesów suszenia zasadniczą informacją jest to, w jaki sposób ciepło dociera do próbki. Niewątpliwie występują jednocześnie dwa zjawiska: promieniowania i konwekcji.

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

- różnicy temperatur pomiędzy emiterym (promiennik) a odbiorcą (próbka)
- środowiska
- długości fali emitowanej

Praktycznie każde ciało emituje promieniowanie, co łatwo zaobserwować kamerą termowizyjną. Dotyczy to również lamp grzewczych w komorze suszenia. Im wyższa temperatura tego elementu tym więcej ciepła dostarczane jest do próbki.



Zdjęcie nr 4.
Promieniowanie promiennika podczerwieni



Zdjęcie nr 5.
Widmo promieniowanie gorącej próbki

Każde rozgrzane ciało jest emitorem promieniowania, co dokładnie widać na zdjęciu nr 4. Tym samym próbka jest ogrzewana nie tylko promiennikiem, ale również dość dużą powierzchnią górnej szyby, co sprzyja szybkiemu uwalnianiu wilgoci.

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

O skuteczności zastosowanego rozwiązania w zakresie ogrzewania próbki decyduje nie tylko typ lampy grzewczej. Ważny jest poziom absorpcyjności próbki, czyli zdolność do pochłaniania promieniowania oraz poziom refleksyjności, czyli jej zdolność do odbijania promieniowania. Jaki jest, zatem wybór optymalny?

Promienniki podczerwieni, (IR) emitują promieniowanie o dłuższej fali niż promienniki typu HAL. Widoczne jest światło bardziej czerwone. Wraz ze wzrostem długości fali maleje znacznie współczynnik odbicia (zależny też od rodzaju powierzchni próbki) tzn. więcej energii wnika do materiału. Energia cieplna ma możliwość równomiernego rozprzestrzeniania się w całej objętości próbki.

Promienniki typu HAL emitują energię w zakresie krótszych fal (jaśniejsze światło) niż promienniki typu IR, a im krótsza długość fali, tym więcej promieniowania ulega odbiciu. Udział promieniowania w całkowitym bilansie przekazywanej energii można szacować na 50%. Porównanie tych dwóch promienników przedstawia tabela.

	Promiennik	Halogen
Promieniowanie	70%	50%
Konwekcja	30%	50%

Tabela nr 5. Konwekcja i promieniowanie zależnie od typu źródła ciepła

Co do źródła ciepła w postaci grzałki oporowej to ogrzewanie próbki uzyskuje się poprzez promieniowanie. Początkowo bardzo mały udział ma konwekcja, później nieco większy, ale nadal mało znaczący. To źródło ciepła uwzględniając fizykę procesu jest najbliższe tym metodom znormalizowanym, które wymagają zastosowania pieca indukcyjnego. Promiennik w postaci lampy oporowej nie jest powszechnym rozwiązaniem w wagosuszarkach. Jednak jego skuteczność w procesie suszenia jest zadowalająca. Niewątpliwą jego wadą może być opóźnienie w narastaniu temperatury suszenia i bezwładność termiczna. Jest to problemem tam, gdzie wymagana jest elastyczność (różne temperatury suszenia) oraz szybkość (duża ilość próbek). Różnice dla omawianych źródeł ciepła pokazują rysunki.

Promiennik HAL	Promiennik IR	Grzałka oporowa
		
głównie konwekcja ogrzewanie powierzchniowe	konwekcja i promieniowanie ogrzewanie głębszych warstw	głównie promieniowanie ogrzewanie objętościowe próbki
ZASTOSOWANIE próbki typu proszki, ciała półpłynne, ciecze	ZASTOSOWANIE dla większości próbek o konsystencji półpłynnej, ciekłej, proszki, rozdrobnione ciała stałe	ZASTOSOWANIE dla ciał o gęstej konsystencji oraz ciał stałych

Tabela nr 6. Absorpcja ciepła przez próbkę w zależności od typu źródła ciepła



KOMENTARZ

Próbki mają różne zdolności absorpcyjne. Gładkie i równe powierzchnie odbijają więcej promieniowania, mniej energii jest pochłaniane, więc próbka nagrzewa się wolniej. Efekt pochłaniania jest zależny również od koloru próbki oraz jej reakcji na wzrost temperatury (efekt tworzenia się skorupy). Tym samym nie ma jednoznacznych wskazań preferujących dany typ źródła ciepła.

Widok stosowanych promienników podczerwieni w konstrukcji wagosuszarek pokazano na zdjęciach. Obserwując intensywność świecenia dość łatwo odróżnić promiennik typu IR od promiennika typu HAL.



PODSUMOWANIE SYSTEM OGRZEWANIA KOMORY SUSZENIA

Wdrożenie wagosuszarki do użytkowania powinno być poprzedzone szkoleniem w zakresie bezpieczeństwa oraz możliwości funkcjonalnych. Jest to korzystne dla obydwu stron: dystrybutora oraz użytkownika. Wyniki z pierwszych testów suszenia nie mają większej wartości o ile nie są poparte odpowiednią metodyką. W jej opracowaniu zaleca się konsultacje z producentem lub autoryzowanym dystrybutorem.

Ocena dokładności suszenia próbki, jaką uzyskuje się w wago suszarce jest możliwa pod warunkiem, że wyliczona wartość jest odnoszona do rzeczywistej (znanej) wilgotności. Jeżeli taka informacja nie jest znana, to należy ją uzyskać poprzez badanie wg. zalecanych procedur. W przypadku, gdy dla danego produktu nie ma stosownych norm, test powinien być wykonany uwzględniając specyficzne cechy próbki (typ, kolor, zdolność absorpcji, jednorodność itp.). Dla takich obiektów początkowo przyjmuje się temperaturę suszenia, jako 105°C, jednakże czasami wykonuje się ponowne testy. Ich konieczność może wynikać np. z powierzchniowego spalania próbki.

Istnieją pewne różnice między promiennikami podczerwieni, ale decydujące znaczenie dla dokładności suszenia ma temperatura suszenia oraz ogólnie pojmowana metodyka (pobranie, przygotowanie próbki itd.) . Oznacza to, że podobne wyniki wilgotności można uzyskiwać zarówno dla źródła IR, HAL czy grzałki oporowej.



9. Przygotowanie próbek do suszenia

Pierwszym warunkiem uzyskania „dokładnego” wyniku wilgotności jest dobranie odpowiedniej temperatury suszenia. Drugim nie mniej ważnym elementem jest to wszystko, co dotyczy próbki. Od momentu jest selekcji do momentu włożenia do komory suszenia. Poprawnym jest zalecenie pobierania próbki z różnych miejsc czy obszarów większej całości. Jednakże w praktyce rzadko się takie rozwiązanie stosuje.

9.1. Jednorodność próbki

Jednorodność jest parametrem, który charakteryzuje ciała płynne i półpłynne. Dla takich próbek istnieje duże prawdopodobieństwo tego, że wierzchnie warstwy będą mieć inną strukturę niż te położone głębiej (np. jogurt). Przed suszeniem należy je, więc wymieszać.

Dla próbek typu proszki i drobne ciała stałe niejednorodność sprowadza się do różnych poziomów wilgotności zależnie od umiejscowienia w przestrzeni. Rozwiązaniem dla takich próbek może być mieszanie, ale ono nie zmienia stanu początkowego próbki. Nadal jest niejednorodna. Zasadne jest kondycjonowanie próbki przed suszeniem w stałych warunkach. Jeżeli jest to niemożliwe to należy pobrać próbkę z różnych obszarów i określić rozbieżności w zakresie wilgotności. Być może będzie to wskazówką dla zastosowania innego modelu dostarczania lub przechowywania próbek.

Ciała stałe – zazwyczaj mają inną zawartość wilgoci na powierzchni niż w głębszych warstwach. Trudno mówić, zatem o jednorodności, chyba, że w sensie warstwowym.

9.2. Przechowywanie próbek

Sposób przechowywania próbki powinien być tak dobrany, żeby wykluczyć możliwość parowania wilgoci z próbki lub absorpcji wilgoci z powietrza. Wielkość opakowania powinna uwzględniać ilość przechowywanej w nim próbki, tzn. próbka powinna wypełniać, w co najmniej $\frac{3}{4}$ objętość opakowania.



źle

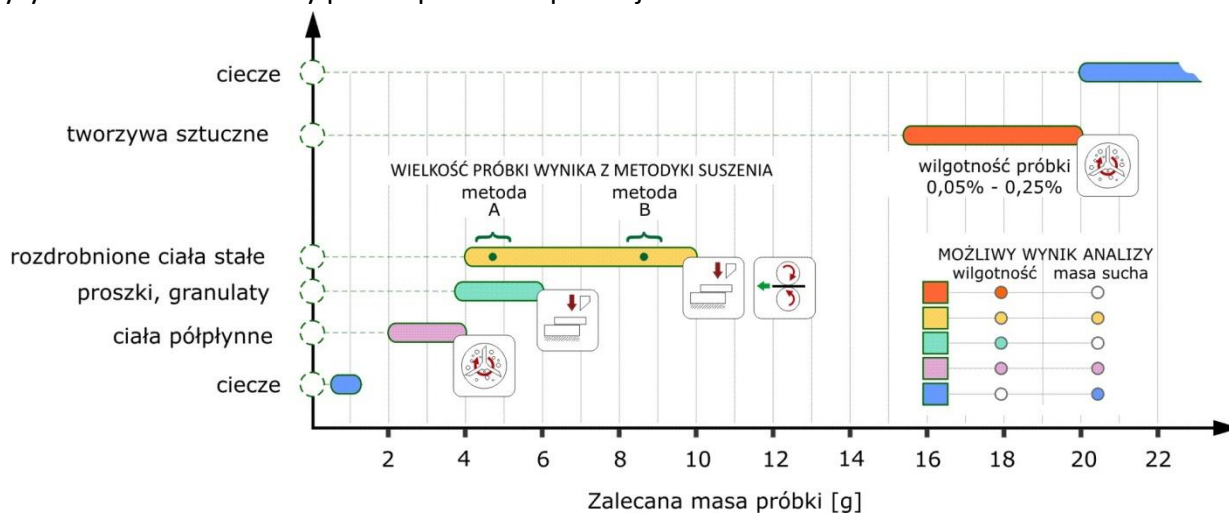
dobrze

Zdjęcie nr 6. Sposób przechowywania próbki

Jest to możliwe i realne w zastosowaniach laboratoryjnych. W zastosowaniach przemysłowych takie wymagania mają małą szansę na realizację. Produkt do suszenia pobiera się bezpośrednio z produkcji, więc raczej nie występuje proces przechowywania. Wadą takiego trybu pracy może być duża rozbieżność wyników, o ile produkt cechuje się dużą absorpcją lub desorpcją wilgoci.

9.3. Optymalna masa próbki

Główną ideą zastosowania wagosuszarki jest uzyskiwanie wyników dokładnych, ale również w miarę krótkim czasie. Z tego też względu masa próbki musi być optymalna, czyli taka, której suszenie przy określonej temperaturze daje wynik zbliżony z wynikiem referencyjnym. Ogólne wytyczne w zakresie masy próbki pokazano poniżej.



Rysunek nr 18. Masa próbki w procesach suszenia

9.3.2. Próbkę półpłynne

Większość próbek półpłynnych wykazuje znaczne napięcie powierzchniowe. Po umieszczeniu ich na szalce mamy pojedyncze skupisko materii. Suszenie jej w takim stanie jest nieefektywne ze względu na małą powierzchnię parowania. Zwiększenie masy próbki nie jest wskazane, więc próbkę należy rozsmarować na całej powierzchni szalki (zwiększenie jej powierzchni). Tak jak pokazano na zdjęciu.



Zdjęcie nr 7. Niewłaściwe rozmieszczenie próbki



Zdjęcie nr 8. Próbkę poprawnie rozmieszczona

Obowiązuje zasada, że im cieńsza warstwa próbki tym krótszy czas suszenia. Istnieje alternatywne rozwiązanie dla tego typu próbek wymagające zastosowania np. filtra z włókna szklanego lub zastosowanie piasku kwarcowego. Próbkę umieszcza się wówczas na powierzchni filtra lub piasku i w takim stanie suszy. Zaletą takiej metody jest możliwość suszenia próbki zarówno od góry jak i od dołu. Zwiększa się również czynna powierzchnia parowania wilgoci. Modyfikacją tej metody jest suszenie próbki pomiędzy filtrami – zalecane dla próbek podatnych na wzrost temperatury (tworzących efekt skorupy na powierzchni). Ta metoda jest skuteczna dla próbek o znacznej zawartości cukrów, syropów, czyli składników ulegających karmelizacji przy wzroście temperatury. Przykładem takiej próbki jest pomada.



Próbka umieszczona na filtrze z włókna szklanego przed suszeniem



Próbka umieszczona na filtrze z włókna szklanego po suszeniu



Próbka umieszczona na piasku kwarcowym przed suszeniem



Próbka umieszczona na piasku kwarcowym po suszeniu

Jak pokazują powyższe zdjęcia niezależnie od przyjętego rozwiązania, zawsze uzyskuje się efekt wchłaniania próbki przez filtr lub piasek. Warto tu zaznaczyć, że ekonomia przymawia za piaskiem kwarcowym, jest łatwo dostępny i dość tani. Filtry z włókien szklanych są dość drogie, ale to profesjonalne rozwiązanie z szerokim wachlarzem możliwości (wielkość, typ).

9.3.3. Próbki typu proszki, granulaty

Podczas suszenia proszków, ziaren oraz drobnych granulatów zaleca się używać próbki o masie ok. 2 g – 6 g. powinna ona pokrywać całą powierzchnię szalki w miarę równomierną warstwą.



Zdjęcie nr 9. Niewłaściwe rozmieszczenie próbki



Zdjęcie nr 10. Próbka poprawnie rozmieszczona

Dla próbek o dużych ziarnach zaleca się ich rozdrobnienie, choćby częściowe. Pozwoli to skrócić czas suszenia i zmniejszyć rozrzut wyników w serii pomiarów. Rozdrabniając próbkę należy unikać generowania zbyt dużej ilości ciepła. Przykłady próbek przed i po rozdrobnieniu pokazano poniżej.



Groch - próbka nierozdrobniona



Groch - próbka rozdrobniona



Malina suszona - próbka nierozdrobniona



Malina suszona - próbka rozdrobniona

Podczas rozdrabniania można stosować urządzenia elektryczne, mechaniczne lub inną dowolną metodę, dzięki której uzyskuje się znaczny poziom rozdrobnienia. W przypadku próbek kandyzowanych (głównie owoce) rozdrobnienie za pomocą urządzeń może nie być skuteczne. Wówczas próbkę należy pociąć na mniejsze kawałki i w takim stanie suszyć.

9.3.4. Ciała stałe

Ciała stałe o ile to możliwe należy przed suszeniem rozdrobnić do postaci mniejszych kawałków. Poprzez to zwiększają się szanse na uzyskanie wiarygodnego wyniku. Im mniejsze cząstki próbki tym większa ich całkowita powierzchnia, z której oddawana jest wilgoć. Podczas rozdrabniania można stosować cięcie, kruszenie, łamanie przecinanie itp. W przypadku ciał stałych o znacznej grubości istnieje duże prawdopodobieństwo tego, że próbka ma różne wilgotności zależnie od miejsca badania. Dotyczy to takich elementów jak deski, parkiety itd. Dla takich próbek decydujące znaczenie może mieć metoda przygotowania próbki do suszenia.



Zdjęcie nr 11. Płyta wiórowa – próbka nierozdrobniona (niepoprawnie)



Zdjęcie nr 12. Płyta wiórowa – próbka rozdrobniona (poprawnie)

W niektórych przypadkach można mówić o niejednorodności próbki, gdy składa się ona z wielu różnych elementów np. tzw. zrębka opałowa. Cechą wspólną wszystkich ciał stałych podlegających suszeniu jest nieco inny mechanizm uwalniania wody wolnej. Znacznie trudniej ją wyodrębnić z materiału niż w przypadku innych ciał. Zazwyczaj suszenie odbywa się w jednej temperaturze. Wyjątkiem od tej reguły są próbki, dla których należy określić zawartość wody związanej. Dotyczy to minerałów, które są suszone w kilku temperaturach. W niższej temperaturze określa się zawartość wody wolnej a w wyższej wilgotność związaną chemicznie.

9.3.5. Tworzywa sztuczne

Tworzywa sztuczne stanowią dość specyficzną grupę próbek. Powszechna opinia o tych próbkach mówi, że plastiki są odporne na wilgoć. W gotowym wyrobie zapewne tak jest, ale test dotyczy granulatu jeszcze przed obróbką plastyczną. Niewątpliwie PS, PVC, PE oraz PP nie są higroskopijne, więc wilgoć osadza się tylko na ich powierzchni. Natomiast ABS, PA, PC, PET mogą gromadzić wilgoć również na poziomie subkapilarnym lub cząsteczkowym. Podczas wtrysku (termoformowanie, rozdmuchiwanie) panuje podwyższona temperatura, więc zawarta w tworzywie woda paruje. Proces termiczny jest bardzo szybki, więc jeżeli w tworzywie jest nadmiar wilgoci, to nie cała jej zawartość jest w stanie opuścić materiał. Powstają tzw. bąble i nieciągłości na powierzchni i wewnątrz wypraski. To dyskwalifikuje produkt pod względem wyglądu jak i parametrów wytrzymałościowych. Zastosowane przemysłowe metody osuszania tworzy sztucznych nie dają wartości liczbowej, jako stanu, jakości próbki przed wtryskiem. Taką informację można uzyskać tylko poprzez suszenie próbki referencyjnej np. za pomocą wagosuszarki.

Wilgotność większości tworzyw sztucznych jak wspomniano jest na bardzo niskim poziomie, rzędu 0, 02 % do 0, 3 % (zależnie od typu). Z tego też względu podczas suszenia należy stosować dużą masę początkową próbki. Dla małych mas występuje dość duży błąd pomiaru wilgotności (rozd. 7.1).



Zdjęcie nr 13. Granulat tworzywa – zbyt mała masa próbki (niepoprawnie)



Zdjęcie nr 14. Granulat tworzywa – duża masa próbki (poprawnie)

9.3.6. Ciecze

W przypadku suszenia cieczy wynikiem pomiaru jest zawsze sucha pozostałość po suszeniu. Ilość, jaka pozostanie po wysuszeniu próbki jest zazwyczaj tak mała, że żeby ją zmierzyć wymagana jest duża masa początkowa. Taki przypadek zachodzi wówczas, gdy sprawdza się suchą pozostałość dla wód przeznaczonych do spożycia, wód powierzchniowych oraz ścieków odprowadzanych do wód i gleby. W tym przypadku powinno się stosować szalki o podwyższonych rantach, dzięki czemu masa początkowa cieczy może być dość znaczna.

Cieczy składające się, z co najmniej kilku faz wyraźnie wyodrębnionych powinny być przed suszeniem dokładnie wymieszane. Masa początkowa próbki może być wtedy zredukowana do kilku gram, o ile sucha pozostałość jest rzędu kilku miligram. Czas suszenia można dość radykalnie skrócić, gdy zwiększy się czynną powierzchnię parowania próbki. Idealnym rozwiązaniem jest piasek kwarcowy, którego masa powinna wynosić, co najmniej 15 g – 20 g. Można szacować, że taka metoda zwiększa 5-krotnie powierzchnię próbki.



Zdjęcie nr 15. Próbką Sebonamine umieszczona bezpośrednio na szalce



Zdjęcie nr 16. Próbką Sebonamine suszona z wykorzystaniem piasku kwarcowego (ok. 2,2 % masy suchej)

10. Zjawiska termiczne w procesach suszenia

Przypadkowy proces ogrzewania próbki może prowadzić do niezamierzonych zmian w strukturze suszonej próbki. Po wykonaniu pierwszych testów warto, więc obejrzeć stan powierzchni próbki.

10.1. Zasklepanie próbki (skorupa)

Zjawisko polega na tworzeniu się nieprzepuszczalnej cienkiej warstwy na powierzchni próbki. W efekcie tego nie można usunąć wilgoci z jej wnętrza. Wynik suszenia jest zaniżony względem wartości referencyjnej.



Zdjęcie nr 17. Skorupa na powierzchni próbki

W takich przypadkach należy obniżyć temperaturę suszenia, co wiąże się prawdopodobnie z wydłużeniem czasu suszenia. Drugim rozwiązaniem jest odseparowanie powierzchni próbki od promieniowania, jakie generuje lampa grzewcza. Próbkę należy przykryć filtrem lub umieścić między dwoma filtrami i wykonać test. Efekt powinien być znacznie lepszy niż ten pokazany na zdjęciu.

10.2. Spalanie próbki

Powierzchniowe spalanie próbki jest wynikiem zbyt wysokiej temperatury suszenia. Zazwyczaj występuje zmiana kolorystyki, co jest widoczne dla próbek o jasnym kolorze. W tych przypadkach wilgotność próbki jest większa niż wartość referencyjna. Proces suszenia może być bardzo długi ze stałą tendencją zmian masy. Dla wagosuszarek serii MA.3Y możliwa jest obserwacja wykresu suszenia, więc zjawisko takie łatwo zdiagnozować.



Zdjęcie nr 18. Powierzchniowe spalanie – zmiana kolorystyki

Ograniczenie o kilka stopni temperatury suszenia powinno rozwiązać problem spalania próbki.

10.3. Absorpcja ciepła

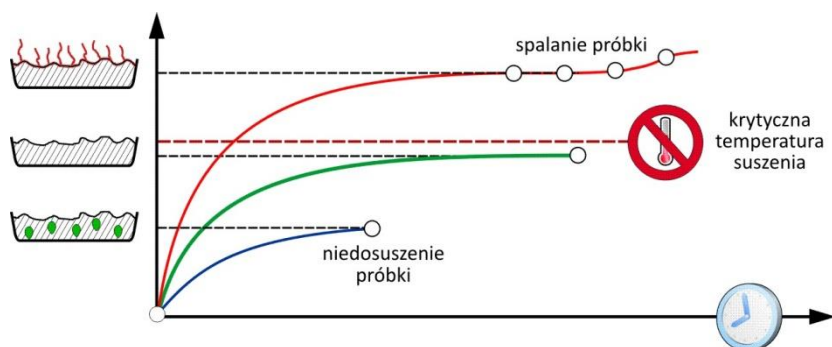
Próbki o ciemnej kolorystyce pochłaniają więcej ciepła niż te o jasnym kolorze. Uwzględniając to zjawisko dla próbek o ciemnej kolorystyce stosuje się nieco niższe temperatury suszenia. Właściwy dobór parametrów procesu wymaga testów. W pierwszym okresie suszenia temperatura próbki może być nieco niższa ze względu na szybkie parowanie wilgoci, czego nie obserwujemy w drugiej fazie procesu. Nadmierny wzrost temperatury próbki może prowadzić do powierzchniowego spalania, które jest mało widoczne.

Absorpcja ciepła to również problem materiałów, które nie są dobrymi przewodnikami ciepła. Ich powierzchnia może osiągać znaczne temperatury, wewnątrz zaś znacznie niższe.



Zdjęcie nr 19. Ciemny kolor próbki = wyższa temperatura suszenia

Powinno się ustalić krytyczną wartość temperatury, przy której następują niekorzystne zmiany w strukturze próbki. Stosowana temperatura suszenia musi być nieco niższa od tej wartości progowej. Suszenia zdecydowanie powyżej temperatury progowej prowadzi do spalania próbki, a suszenie zdecydowanie poniżej tej wartości to efekt niedosuszenia.



Rysunek nr 19. Temperatury w procesach suszenia



KOMENTARZ

Można suszyć próbkę powyżej temperatury krytycznej, ale wtedy należy powierzchnię próbki izolować od źródła promieniowania, np. przykryć ją filtrem. Jego masa musi być w tym przypadku dodana do masy tary pustej szalki.

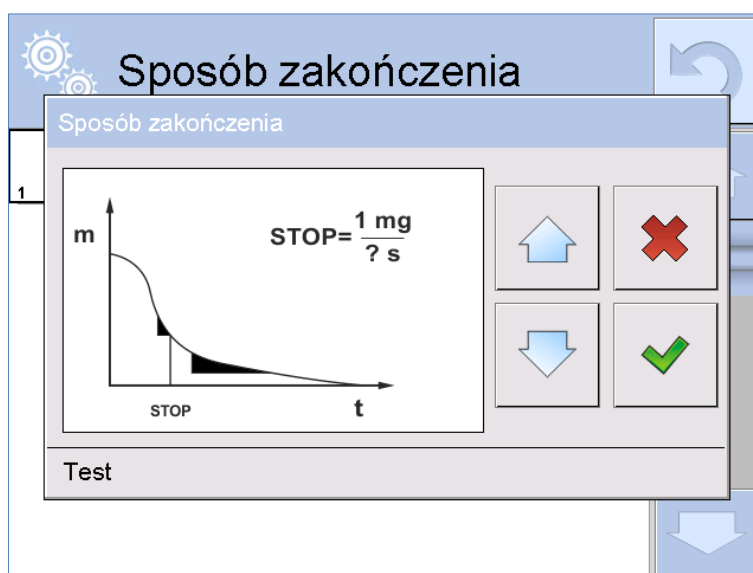


11. Funkcja Test – automatyczny dobór trybu Auto

Wybór sposobu zakończenia procesu suszenia wymaga, co najmniej kilku testów celem porównania otrzymanych wyników z wartością oczekiwaną (referencyjną). Taka metoda pracy jest najczęstszym sposobem optymalizacji tego parametru. W wagosuszarkach serii MA.3Y uproszczono ten proces poprzez funkcję **Test**. Jej działanie polega na automatycznym wyliczaniu wilgotności próbki w interwałach przewidziany dla zakończenia:

- Auto 1, zmiana 1mg w czasie 10 sekund
- Auto 2, zmiana 1mg w czasie 25 sekund
- Auto 3, zmiana 1mg w czasie 60 sekund
- Auto 4, zmiana 1mg w czasie 90 sekund
- Auto 5, zmiana 1mg w czasie 120 sekund

Test odbywa się w wybranej temperaturze suszenia, która powinna być optymalna, czyli taka, która nie powoduje spalania próbki. Ponieważ cykl jest automatyczny, to można go realizować również dla zmiennych temperatur suszenia, poszukując optymalnej wartości.. Ma to na celu otrzymanie docelowego wyniku w możliwie krótkim czasie. Funkcja Test jest jednym z elementów menu Auto Zakończenia.



Rysunek nr 20. Aktywacja funkcji TEST w menu wagosuszarki MA.3Y

Wyniki z działania funkcji Test są drukowane w trybie on-line poprzez złącze RS 232. Ich analiza jest możliwa tylko na wydruku lub aplikacji komputerowej, która te informacje jest w stanie odebrać. Przykładowy wydruk skrócony o pośrednie informacje w zakresie kontroli zawartości masy suchej (%D) zawarto poniżej.

Użytkownik	Admin
Program suszenia	-----
Profil suszenia	Standard
Parametry profilu suszenia	120°C
Sposób zakończenia	Test
Masa początkowa	4.4699 g

0:00:05 99.9931 %D

----- Sposób zakończenia -----

0:08:29 Automatyczne 1

Wynik **89.5246 %D**

0:08:30 89.5224 %D

0:08:35 89.5143 %D

----- Sposób zakończenia -----

0:10:04 Automatyczne 2

Wynik **89.4027 %D**

0:10:05 89.4020 %D

0:10:10 89.3975 %D

----- Sposób zakończenia -----

0:13:09 Automatyczne 3

Wynik **89.3047 %D**

0:13:10 89.3044 %D

0:13:15 89.3025 %D

----- Sposób zakończenia -----

0:15:04 Automatyczne 4

Wynik **89.2753 %D**

0:15:05 89.2749 %D

0:15:10 89.2734 %D

----- Sposób zakończenia -----

0:16:58 Automatyczne 5

Wynik **89.2539 %D**

Masa końcowa 3.9896 g

Łatwo policzyć, że różnica pomiędzy wynikami uzyskanymi dla Auto1 oraz Auto 5 wynosi 0,27 %. Oczywiście dla innego typu próbki te proporcje będą zupełnie inne.

12. Profile suszenia

Profil suszenia to nic innego jak pewien sposób sterowania narastaniem temperatury w komorze suszenia. Wyróżnia się 4 profile suszenia:

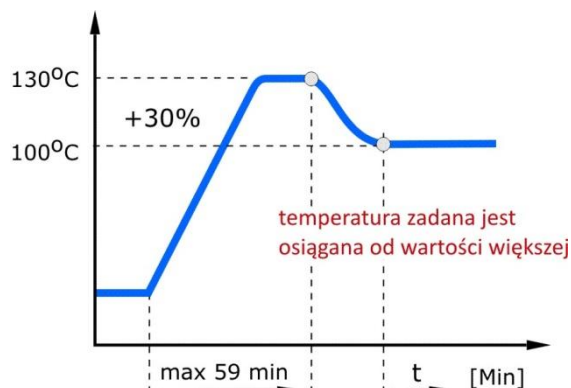
- Standardowy
- Szybki
- Schodkowy
- Łagodny

Profil STANDARDOWY – wykorzystywany w 99 % przypadków, temperatura jest osiągnięta w sposób szybki osiągając wartość zadaną w czasie około 60 sekund (dla 120°C).



Rysunek nr 21. Profil Standardowy

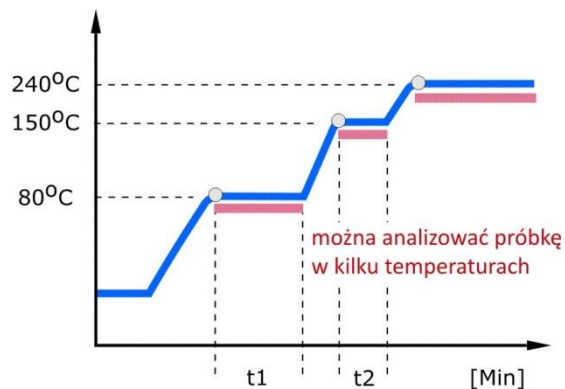
Profil SZYBKİ – temperatura suszenia jest w początkowej fazie przeregulowana ponad wartość zadaną o ok. 30 %. Czas utrzymania tej podwyższonej temperatury jest regulowany i może osiągać wartość maksymalną 59 minut. Ten profil jest wykorzystywany podczas suszenia próbek o dużych zawartości wilgotności. Szybkie parowanie dużych ilości wilgoci może obniżyć temperaturę wewnątrz komory, co wydłuża czas suszenia.



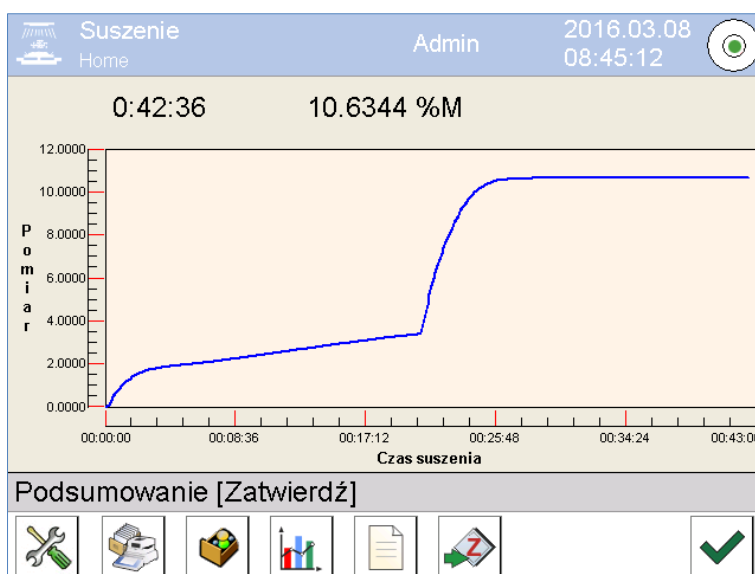
Rysunek nr 1

Rysunek nr 22. Profil Szybki

Profil SCHODKOWY – umożliwia suszenie substancji w 3 różnych temperaturach. W każdej z nich deklaruje się czas wygrzewania. Taki cykl pracy ma na celu wyodrębnienie z próbki wody wolnej od tej związanej chemicznie. Ma to zastosowanie w przypadku np. minerałów. Inną aplikacją korzystającą z tego trybu pracy jest badanie czystości gipsu.

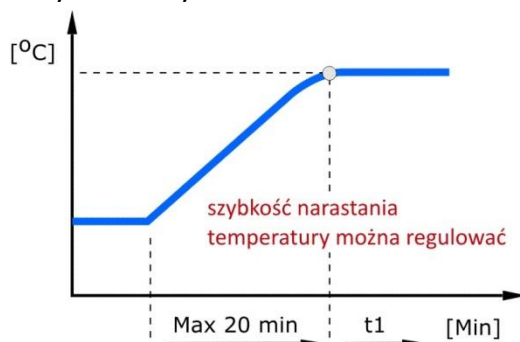


Rysunek nr 23. Profil Schodkowy



Widok wyświetlacza wagosuszarki MA.3Y podczas suszenia dwuprogowego

Profil ŁAGODNY - jest stosowany wówczas, gdy zbyt szybki wzrost temperatury powoduje usuwanie z próbki innych składników niż woda. Czas osiągnięcia temperatury zadanej jest definiowany a jego wartość maksymalna wynosi 20 minut.



Rysunek nr 24. Profil Łagodny

13. Kontrola temperatury suszenia

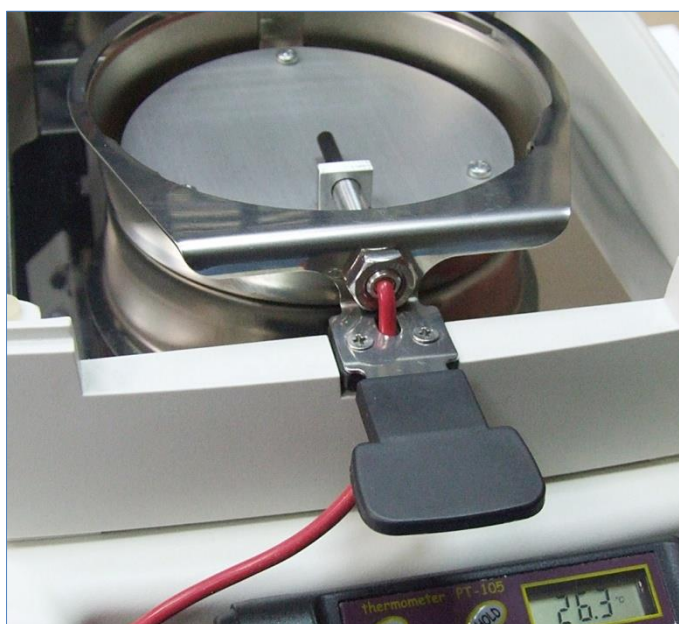
Stabilność temperatury suszenia uzyskuje się w wyniku sprzężenia zwrotnego, w jakim pracuje czujnik temperatury oraz lampa grzewcza. Parametry tego układu są tak dobrane, że zapewniają długoterminową stabilność temperatury suszenia w każdym użytkowanym profilu. Okresowa kontrola temperatury suszenia nie wynika, więc z uwarunkowań technicznych, ale raczej z wymagań normatywnych, prawnych lub branżowych. Wiadomo, że każde urządzenie pomiarowe należy przynajmniej okresowo sprawdzać. W odniesieniu do wskaźnika masy jest to kontrola za pomocą wzorców masy, a w przypadku komory suszenia jest to kontrola temperatury za pomocą termometru kontrolnego. Przyjmuje się tu następujące założenie:

Jeżeli temperatura suszenia wskazywana przez wskaźnik wagosuszarki jest zgodna z wartością temperatury, w jakiej należy suszyć próbkę to, wilgotność zostanie całkowicie usunięta z próbki. Wynik wilgotności wskazywany przez wagosuszkę będzie wynikiem dokładnym.

Powyższe założenie jest prawdziwe tylko wówczas, gdy dla danej próbki używa się odpowiedniej metodyki suszenia. Utrzymywanie odpowiedniej temperatury suszenia może być niewystarczające dla uzyskiwania wyników dokładnych. Ważna jest metoda i przygotowanie próbki do suszenia. Z tego też wynika, że podczas kontroli (audytów) należy oceniać nie tylko wyniki okresowych kontroli temperatury suszenia, ale również stosowaną metodykę. Może to być sporym wezwaniem dla audytorów, którzy raczej nie są specjalistami w zakresie pomiarów termo grawimetrycznych.

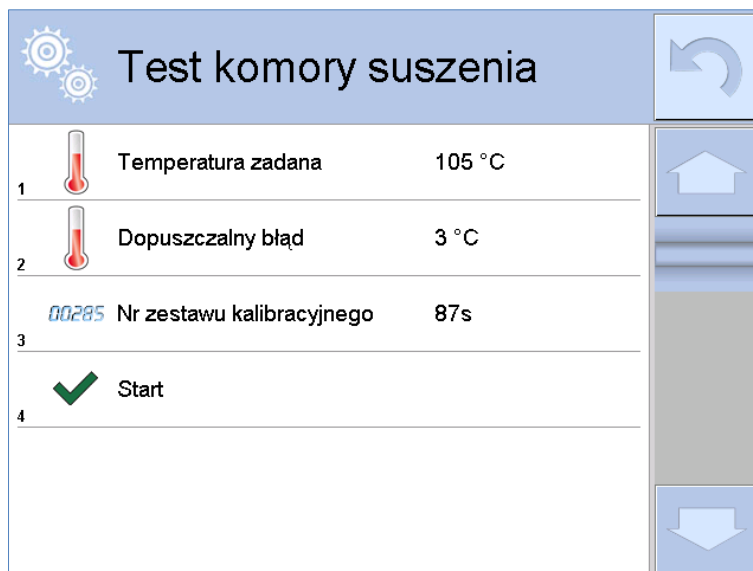
13.1. Metoda sprawdzenia

Zestaw kontrolny składa się z części mechanicznej oraz modułu pomiarowego. Te elementy są ze sobą połączone fabrycznie w całość. Dodatkowa osłona termometru stabilizuje temperaturę w czasie testu. Sprawdzenie temperatury suszenia wykonuje się okresowo zgodnie z przyjętym harmonogramem dla wybranej temperatury suszenia.



Zdjęcie nr 20. Termometr kontrolny w komorze wagosuszarki

Należy zdemontować wszystkie elementy znajdujące się w komorze suszenia a w to miejsce włożyć zestaw kontrolny. Kontrola dotyczy tylko temperatury suszenia, więc wskazanie masy jest w czasie tej procedury nieistotne. Przed rozpoczęciem testu należy podać tolerancję, czyli dopuszczalny błąd w zakresie wskazań temperatury. Informacją dodatkową jest numer zestawu kontrolnego.



Widok wyświetlacza wagosuszarki MA.3Y z panelem dotyczącym kontroli temperatury suszenia

Test wygrzewania komory suszenia trwa dokładnie 8 minut i po tym czasie należy odczytać z termometru kontrolnego temperaturę i wpisać ją do okna dialogowego pokazanego przez wyświetlacz wagosuszarki. Wynik ze sprawdzenia nie jest trwale przechowywany w pamięci wagosuszarki, więc należy go wydrukować (drukarka) lub przesłać do programu komputerowego. Wydruk z tej procedury kontrolnej pokazano poniżej.

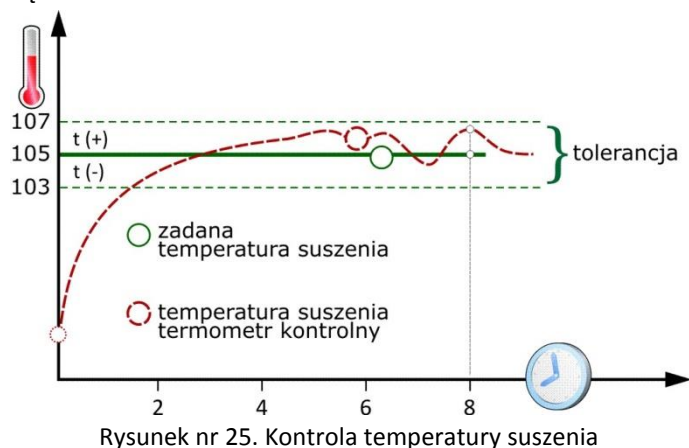
----- Test komory suszenia -----	
Użytkownik	Admin
Czas rozpoczęcia	2016.03.07 11:15:29
Typ wagi	MA 3Y.WH
ID wagi	376820
Nr zestawu kalibracyjnego	87s
Temperatura zadana	105 °C
Temperatura końcowa	105 °C
Temperatura zmierzona	104 °C
Dopuszczalny błąd	+/- 3 °C
Status	OK

.....	
(Podpis)	



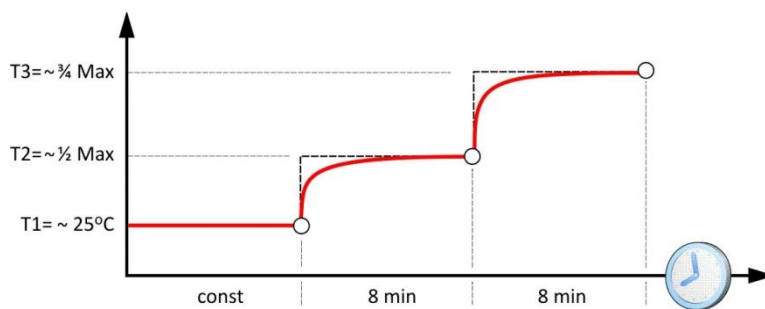
KOMENTARZ

Stabilność temperatury suszenia, jaką można osiągnąć wynosi ok. $\pm 2^{\circ}\text{C}$ względem temperatury zadanej. Jest to w zupełności wystarczające dla typowych procesów suszenia. Wilgoć z próbki jest usuwana nie tylko w temperaturze zadanej, ale również czasie, gdy temperatura gwałtownie narasta. Innym zagadnieniem jest wygrzewanie próbki w stałej temperaturze w długim okresie czasu, ale nawet w tym przypadku układ regulacji zapewnia stabilność termiczną.



13.2. Adiustacja temperatury suszenia

Za pomocą zestawu kontrolnego można wykonać również adiustację temperatury suszenia. Sprawdzenie wykonuje się w trzech punktach pomiarowych, pierwszy jest temperaturą otoczenia. Dwa pozostałe są ustalone fabrycznie i podlegają modyfikacji. Czas wygrzewania celem osiągnięcia stabilizacji w każdej temperaturze wynosi 8 minut. Adiustacja polega na wpisaniu do okna dialogowego wartości temperatury odczytanej z termometru kontrolnego. Termometr kontrolny GT105K-12/Z musi mieć ważne świadectwo wzorcowania.



KOMENTARZ

Zależność zmian $\Delta R/\Delta T$, jakie zachodzą w termometrze zainstalowanym w komorze wagosuszarki jest zależnością liniową. Adiustacja okresowa tego termometru nie jest koniecznością. Podczas długotrwałego użytkowania wagosuszarki nie rejestruje się zmian jego charakterystyki.

14. Zalecenia metodyczne dla różnych obszarów

14.1. Przemysł mleczarski

W przemyśle mleczarskim wagosuszarki są wykorzystywane do oceny, jakości produktów podczas badania laboratoryjnego. Próbki ciekłe i półciekłe należy rozprowadzać cienką warstwą na powierzchni szalki. Zalecane jest ich wymieszanie przed pobraniem próbki do suszenia. Sery twarde należy rozdrabniać np. poprzez ścieranie. W pewnych warunkach można stosować elementy dodatkowe takie jak filtry, bibuły, piasek kwarcowy. Kolorystyka próbki po suszeniu nie powinna być zmieniona lub zmiany te nie powinny być znaczące. Produkty o podwyższonej zawartości tłuszczu mogą wykazywać większe rozrzuty wskazań w serii pomiarów niż te o niskich zawartościach tłuszczu. Przykładem tego typu produktu jest mleko w proszku nisko i wysokotłuszczowe.

14.2. Przemysł spożywczy

Szeroka gama produktów w tym segmencie pozwala tylko na ogólne zalecenia odnośnie metod suszenia. Te produkty, które są wstępnie podsuszane w cyklu produkcyjnym należy chronić przed wpływem wilgotności, która oscyluje w granicach 40 % do 70 % (obszar EU). Próbki o większych gabarytach zaleca się rozdrobnić mechanicznie lub ręcznie. Wprawdzie w tym procesie (mechanicznym) wytwarza się ciepło, ale jego wpływ na wilgotności przygotowywanej próbki jest pomijalny. Im mniejsza porcja jednostkowa próbki tym łatwiej z niej usunąć wilgoć. Masa próbek powinna wynosić kilka gramów (3 g – 6 g), choć nie jest to regułą. Wyjątkiem jest tu np. cukier, którego wilgotność jest bardzo niska. Dla tej próbki masa początkowa powinna wynosić co najmniej 10 g – 15 g. Pewnym problemem jest krystalizacja warstwy powierzchniowej próbek o dużej zawartości cukrów. Efekt skorupy będzie utrudniał proces suszenia. W tych przypadkach należy chronić powierzchnię próbki przed przegrzaniem poprzez np. przykrycie jej filtrem.

Próbki o dużej zawartości tłuszczu np. masło nie powinny być suszone bezpośrednio na szalce. Umieszcza się je na filtrach, bibułach celem zwiększenia czynnej powierzchni parowania. Dla próbek ciekłych wyznacza się zawartość masy suchej, tym samym należy zadbać o ich jednorodność.

14.3. Przemysł rolny

Głównym obszarem wykorzystania wagosuszek w przemyśle rolnym jest ocena wilgotności wszelkich ziaren oraz przetworów zbożowych. O ile to możliwe to ziarna te należy rozdrobnić (mielenie, kruszenie, rozgniatanie). Głównie po to żeby otrzymać próbkę jednorodną w kontekście wilgotności. Usunięcie wilgoci z wnętrza dużych ziaren np. grochu może być kłopotliwe. Skala problemu zależy od struktury ziarna. Produkty już przetworzone takie jak np. mąka suszy się bezpośrednio na szalce stosując niewielką masę ok. 3 g – 6 g. Próbki o strukturze raczej niejednorodnej typu kiszonka kukurydzy powinna być rozdrobniona mechanicznie na mniejsze kawałki. Jest to koniecznością, bo zawiera zbyt różnorodny materiał (ziarna, liście, łodygi). Grzyby podsuszane, jeżeli są w dużych kawałkach należy pociąć na mniejsze części. Suszy się je bezpośrednio na szalce wagosuszarki. Ich wilgotność nie powinna być większa niż kilka lub kilkanaście procent. Wszelka pasza dla zwierząt jest suszona w takim stanie, w jakim występuje.

14.4. Przemysł chemiczny

Przemysł chemiczny to głównie wszelkiego rodzaju preparaty w stanie ciekłym oraz półpłynnym. Dla nich określa się zawartość masy po suszeniu. Większość użytkowników suszy te próbki bezpośrednio na szalce. O ile warstwa próbki jest dość cienka, to być może jest to poprawna metodyka suszenia. Jednakże w tych przypadkach zaleca się jednak zwiększać czynną powierzchnię oddawania wilgoci poprzez zastosowanie piasku kwarcowego lub filtrów. Masa próbki nie powinna być zbyt duża, bo znacznie wydłuża to czas analizy. Pewnym problemem mogą być próbki wodniste, których zawartość masy suchej jest na niskim poziomie. Po odparowaniu cieczy praktycznie nic nie pozostaje na szalce wagosuszarki. W tych przypadkach należy zwiększać masę początkową próbki. Istotne znaczenie ma również wartość działki elementarnej pomiaru masy.

Przykład:

Gdy masa próbki wynosi 10,000 g a sucha pozostałość po suszeniu wynosi 0,0015 g to użycie wagosuszarki z $d = 0,001$ g jest niewystarczające. Ewentualny błąd wskazań pochodzący od zaokrąglenia wyniku może stanowić nawet 50 % wyniku końcowego. Tym samym wynik oznaczenia masy suchej będzie niedokładny. Dla takich próbek zaleca się stosować wagosuszarki z $d = 0,1$ mg.

14.5. Przemysł piekarniczy

Stosuje wagosuszarki do sprawdzania wilgotności wyrobów gotowych typu chleb, maca, krakersy, bułki, produkty bezglutenowe itd. Próbki należy rozkruszyć, pociąć na drobne kawałki i w takim stanie suszyć. Zapewne inną wilgotność ma warstwa wierzchnia, która została poddana obróbce cieplnej a inną środek próbki. Trzeba to uwzględnić w przygotowaniu próbki lub w analizie wyników. Wilgotności tych próbek wynoszą od kilku procent do kilkunastu procent.

14.6. Tworzywa sztuczne

Specyfika próbki wymusza stosowanie dużych mas podczas suszenia. Wynika to z niskich wilgotności próbki, która może być suszona z wykorzystaniem zakończenia Automatycznego lub w określonym czasie. Stały czas suszenia powinien wynosić około 3 – 5 minut. Jest to czas wystarczający na całkowite usunięcie wilgoci. Podczas optymalizacji temperatury suszenia należy obserwować powierzchnię próbki – zbyt wysoka temperatura będzie powodować sklejanie się granulatu lub nawet zmianę jego kolorystyki. Obecnie większość użytkowników stosuje wagosuszarki, których działka elementarna d wynosi 0,001 g. Nie jest to optymalne rozwiązanie w tym segmencie próbek. Znacznie lepszym rozwiązaniem z metrologicznego punktu widzenia (analiza błędów) jest wagosuszarka z działką elementarną $d = 0,1$ mg.

14.7. Owoce - warzywa

W tym obszarze sprawdza się to czy próbka nie przekracza pewnej ustalonej wartości progowej. Głównie w kontekście ewentualnego jej przechowywania lub pakowania w opakowania jednostkowe. Próbki typu migdały, morele, pistacje, orzechy rozdrabnia się poprzez mielenie lub cięcie. Podczas suszenia owoców kandyzowanych można oczekiwać zwiększonych rozrzutów wskazań, które są efektem występowania cukrów w próbce. Masy suszone nie są zbyt duże i nie przekraczają zazwyczaj 10 g. Ważną informacją jest dopuszczalna tolerancja dla uzyskanego wyniku wilgotności.

15. Badanie przepuszczalności pary wodnej

Na podstawie różnicy mas suszonej próbki można wyznaczać zupełnie inne parametry niż wilgotność czy zawartość masy suchej. Ciekawą aplikacją jest Próbnik przeznaczony do badania przepuszczalności pary wodnej, która jest stosowana do oceny, jakości:

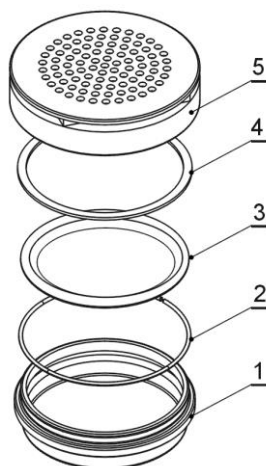
- wszelkich materiałów odzieżowych
- skór
- folii paro przepuszczalnych
- folii z tworzyw sztucznych
- laminatów itp.

Zestaw do badań przepuszczalności pary wodnej składa się z dwóch elementów. Pierwszy z nich to PRÓBNIK 2000, a drugi to wagosuszarka. Próbnik jest dedykowany specjalnie dla wagosuszarek i wykorzystywanie go w innych aspektach badawczych jest niemożliwe. Wagosuszarka jest natomiast standardowym produktem, tak, więc może być używana, jako precyzyjna waga o określonej dokładności odczytu lub urządzenie do określanie wilgotności /zawartości masy suchej/ w różnych próbkach.



Zdjęcie nr 21. Próbnik w komorze suszenia, wagosuszarki

Próbnik jest aluminiową, która po połączeniu wszystkich elementów daje się szczelną przestrzeń z której odparowywana jest woda destylowana. Metodyka pomiaru oraz konstrukcja Próbnika jest chroniona prawem patentowym (próbnik W 116646, metoda pomiaru P 381787)



- 1 korpus próbnika, wewnątrz umieszczana jest woda destylowana
- 2 pierścień rozprężny, dla zakleszczenia próbki, gdy jest ona nakładana na próbnik z dużym naddatkiem
- 3 górna szalka próbnika
- 4 pierścień uszczelniający, zapewnia odpowiedni docisk próbki do elementów próbnika
- 5 pokrywa próbnika

15.1. Opis metodyki badania przepuszczalności pary wodnej z wykorzystaniem wagosuszarek.

Pomiar przepuszczalności pary wodnej polega na precyzyjnym oznaczeniu ubytku masy wody, która odparowuje z wnętrza próbnika poprzez badaną próbkę. Przenikanie pary wodnej następuje na skutek wzrostu jej prężności, którą uzyskuje się zwiększając nieznacznie temperaturę komory suszenia.

Urządzeniem pomiarowym podczas badań przepuszczalności jest wagosuszarka, która wskazuje ubytek masy wody w czasie cyklu badania. Rejestrowanie danych odbywa się automatycznie bez ingerencji operatora zgodnie z ustalonym interwałem, wówczas, gdy:

- wagosuszarka jest połączona z programem PomiarWin.
- wagosuszarka jest połączona z drukarką

Zalecanym rozwiązaniem jest program komputerowy. Z pobranych danych kreślony jest wówczas wykres pokazujący szybkość przenikania pary wodnej przez badaną próbkę lub szybkość parowania wody dla tzw. próby „zerowej”.

Miarą przepuszczalności pary wodnej jest wyrażona w % ilość pary wodnej przenikającej przez materiał w stosunku do ubytku masy wody wówczas, gdy na próbniku nie umieszczono próbki tzw. próba zerowa.

15.2. Warunki badania

W zakresie warunków środowiskowych należy monitorować temperaturę oraz wilgotność pomieszczenia. Temperatura pomieszczenia powinna zawierać się w zakresie 21°C do 26 °C a wilgotność względna w granicach 40% do 60% . Zmiany temperatury w czasie cyklu badania nie powinny przekraczać ± 2 °C a wilgotności ± 5 %. Zakłada się, że temperatura komory suszenia wagosuszarki, w której umieszczany jest próbnik jest stabilna w ciągu badania.

15.3. Stosowane przyrządy i materiały

Stanowisko do badań przepuszczalności pary wodnej powinno być wyposażone w następujące przyrządy i materiały: wagosuszarka z działką elementarną, co najmniej 1mg, Próbnik 2000, Termohigrometr, pipeta do transportu wody destylowanej, woda destylowana, komputer z programem PomiarWin (wyposażenie opcjonalne).



PODSUMOWANIE

PRZEPUSZCZALNOŚĆ PARY WODNEJ

Metodyka badania przepuszczalności pary wodnej z wykorzystaniem próbnika pozwala w szybki sposób porównywać ze sobą różne materiały. Jest to przydatne tam, gdzie wprowadza się pewne modyfikacje do struktury próbki poszukując optymalnego jej składu. Ocena stopnia przepuszczalności pary wodnej jest wskaźnikiem tego jak wprowadzony komponent wpływa na właściwości użytkowe materiału. Niewątpliwą zaletą tego rozwiązania jest szybkość, uniwersalizm rozwiązania oraz niskie koszty. W związku z tym, że metoda ta nie jest metodą znormalizowaną to nie powinno się jej stosować do oceny, jakości materiałów w ogólnie rozumianym obrocie publicznym. Pomimo tego otwarta jest droga do walidacji oraz akredytacji metody badawczej dla wybranych materiałów.

16. Wagosuszarki - wymagania prawne

Nadzór państwa nad przyrządem pomiarowym, takim jak waga, ogranicza się tylko do wskaźnika masy. Niezależnie, więc od tego, co on pokazuje (wartość %, ilość detali, wilgotność próbki), podczas kontroli oceniany jest zawsze wynik ważenia w gramach (kilogramach). Inne wartości są efektem przeliczeń wykonanych na wskazaniu podstawowym. Podejście takie jest poprawne w przypadku wag, ale zupełnie nieadekwatne dla wagosuszarek. Wynik wilgotności jest zależny nie tylko od wskazań masy, ale przede wszystkim od wielkości próbki, temperatury suszenia itp. Ze względu na to, że nie ma wzorców wilgotności, to ocena normatywna dokładności pomiaru wilgotności jest niemożliwa. Jest to sytuacja patowa, ponieważ dzięki uniwersalności, wagosuszarki są stosowane nawet tam, gdzie sięga nadzór państwa np. ochrona środowiska. Jak jest, zatem jest rozwiązanie tego problemu?

Żeby być zgodnym z literą prawa, należałoby stosować wagosuszarki z certyfikatem zatwierdzenia typu. Wiemy jednak, że ocena podczas certyfikacji, a później legalizacji dotyczy pomiaru w gramach. Uzyskany wynik nic nam nie powie o dokładności wyznaczania wilgotności próbki. To wygląda na działanie pozbawione sensu, czyli tzw. sztuka dla sztuki. Rozwiązaniem może być walidacja procedur suszenia. Jak wiemy, jest to szereg działań zmierzających do udowodnienia, że stosowane urządzenie spełnia te wymagania, jakie są mu stawiane.

Powinny to być wymagania odnośnie pomiaru masy, stabilności temperatury suszenia, dokładności oznaczenia wilgotności itp. Na tym przykładzie wyraźnie widać, że rozwiązania techniczne zdecydowanie wyprzedają prawo. Zyskujący coraz większe znaczenie system dobrowolny (akredytacja) pozwala patrzeć optymistycznie na ten problem. Być może rozwiązaniem jest wzorcowanie wskaźnika masy oraz temperatury komory suszenia. Akty prawne dotyczące przyrządów pomiarowych, podlegających prawnej kontroli metrologicznej, nie wymieniają przyrządów do pomiaru wilgotności, a takim jest wagosuszarka.

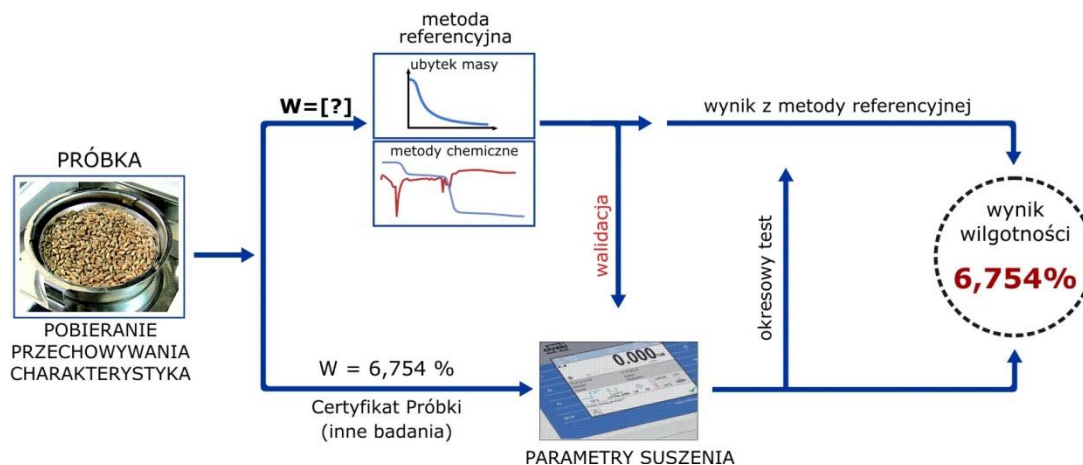
(Rozporządzenie Ministra Gospodarki (Dz.U. 2008 nr 3 poz. 13 oraz Dz. U. 2010 nr 110, poz. 727).

17. Walidacja procedur suszenia

Tam gdzie podczas badań wilgotności, wykorzystuje się metody znormalizowane zazwyczaj nie ma większych problemów. Głównie wynika to z tego, że cała procedura jest krok po kroku zdefiniowana, łącznie z podaniem równań i odpowiednich komentarzy. W przypadku wagosuszarki istnieją podobne dokumenty, ale nie mają one tak wysokiej rangi, ponieważ są dokumentacją producenta. Nie mniej jednak jest to nieocenione źródło informacji, które może być pomocne dla wielu użytkowników.

Jak pokazuje praktyka pomimo dostępnych metod znormalizowanych, często sięga się po pozornie mniej skomplikowane rozwiązania, takie jak wagosuszarka. Konsekwencją tego powinna być walidacja procedury suszenia. W ogólnym ujęciu polega ona na takim ustawieniu parametrów suszenia, żeby uzyskany wynik za pomocą wagosuszarki był zbliżony z wynikiem metody znormalizowanej. Część użytkowników zleca badania znormalizowane do akredytowanych laboratoriów, a inni wykorzystują własne doświadczenie, badania wewnętrzne lub wyniki innych badań zewnętrznych. Są to drogi pozyskania informacji na temat „rzeczywistej” wilgotności próbki.

Z powyższego dość jasno wynika, że pierwszym krokiem na etapie walidacji jest informacja o wilgotności próbki. W przypadku, gdy jest ona niedostępna, to proces walidacji jest niemożliwy do zrealizowania. Częstym przypadkiem jest taki, w którym badanie znormalizowane wykonuje Laboratorium Badawcze Producenta – tak jak w przypadku firmy Radwag. Konsekwencją tego jest drugi etap, czyli optymalizacja parametrów suszenia wraz z opracowaniem metodyki uwzględniającej specyfikę próbki. Ogólny schemat walidacji przedstawiono poniżej.



Rysunek nr 27. Walidacja procedur suszenia

18. Niepewność pomiaru wilgotności

Każdy proces pomiarowy cechuje tzw. błąd wskazania, na podstawie którego może być oceniana dokładność mierzenia danej wielkości. Dokładność to nic innego jak różnica między wartością prawdziwą a tą zmierzoną. Dla pomiaru wilgotności wartość prawdziwa to ta jaką otrzymuje się w wyniku badań metodą znormalizowaną. Jest to dość oczywista zależność metrologiczna występująca w wielu systemach nadzoru Państwa nad przyrządem pomiarowym. Jest ona również wykorzystywana tam, gdzie taki nadzór nie jest wymagany lub wręcz jest nie możliwy. Przykładem jest tu wagosuszarka dla której brak jest wilgotnościowych wzorców odniesienia.

To co zostanie zmierzone niezależnie od typu urządzenia czy wielkości mierzonej cechuje jeszcze jeden parametr a mianowicie niepewność pomiaru. Określa ona zakres w jakim z pewnym prawdopodobieństwem (zazwyczaj 95 %) znajduje się wartość mierzona. O ile dla błędów wskazań występuje bezpośrednie porównanie dwóch wartości to dla niepewności pomiaru należy uwzględnić wiele czynników wpływających na pomiar. Pomimo pozornych podobieństw, wartość niepewności nie może być wykorzystywana do oceny dokładności pomiaru.

Niepewność wyznaczania wilgotności masy próbki powinna uwzględniać to, że ten pomiar jest pomiarem różnicowym. Żeby otrzymać wynik końcowy, należy zmierzyć masę próbki przed suszeniem oraz po jego zakończeniu. Dodatkowo występują takie elementy jak proces przygotowania próbki, metoda suszenia oraz odchyłka temperatury suszenia. Podstawowy budżet niepewności może uwzględniać takie czynniki powtarzalność wskazań, rozdzielczość wagi, błąd wskazania oraz niepewność wyznaczenia błędów wskazań.

Po ich uwzględnieniu w kalkulacji niepewność rozszerzona dla pomiaru masy początkowej próbki wynosi:

$$m_1 \pm 0,004 \text{ g}$$

Pozostaje drugi aspekt mierzenia masy próbki. O ile można założyć, że masa początkowa jest zmierzona z taką niepewnością, to masa końcowa już niekoniecznie. Jak stwierdzono wcześniej, podczas suszenia mogą zachodzić różne niekorzystne zjawiska. Utworzy się warstwa na powierzchni próbki, część próbki może ulec rozkładowi termicznemu, część spodnia próbki będzie niewysuszona itd. W kontekście tego o wielkości niepewności wyznaczenia masy końcowej próbki m_2 mogą decydować inne znaczące czynniki. Można powiedzieć nawet, że ich wpływ jest dominujący. Do tych czynników należy:

- Temperatura suszenia, realnie oscyluje ona ok. 2°C względem temperatury zadanej. Takie różnice nie mają żadnego wpływu na wynik wilgotności próbki. Jednakże nieprawidłowa temperatura suszenia, np. za wysoka, będzie powodem znacznych rozrzutów w serii pomiarów w efekcie spalania powierzchniowego wierzchniej części próbki (ciała stałe).
- Metodyka przygotowania, pobierania oraz suszenia próbek, dla niektórych z nich wymaga się rozdrobnienia, suszenia z innymi elementami, itp. Nieodpowiednie przygotowanie próbki będzie rzutować znacznymi rozrzutami w serii pomiarów. Może to być jedno z ważniejszych zagadnień w czasie optymalizacji parametrów metody suszenia.

Oszacowanie tego jak duży jest wpływ tych czynników jest w zasadzie niemożliwy, choćby z tego względu, że będzie on różny zależnie od typu próbki. To co z pewnością możemy zrobić i robimy to ograniczamy ich wpływ poprzez zastosowanie odpowiedniej metodyki. Jej opracowanie wymaga sporo testów poprzez które dąży się do coraz lepszych wyników dla masy końcowej próbki m_2 . O tym było sporo informacji w poprzednich rozdziałach. Można zatem stwierdzić, że droga do wyznaczenia niepewności złożonej jest dość trudna i wcale nie musi zakończyć się sukcesem.

Inne podejście znacznie prostsze to zdefiniowanie niepewności pomiaru wilgotności jako NIEPEWNOŚĆ typu A – pomiar wilgotności jest pomiarem bezpośrednim. W tym przypadku należy założyć, że metoda suszenia jest tak dobrana, że nie ma żadnych negatywnych czynników a więc:

- temperatura suszenia jest optymalna, nie powoduje spalania próbki, ale pozwala usunąć wilgoć z całej objętości próbki
- masa próbki jest tak dobrana, że temperatura suszenia jest w stanie ogrzać ją w taki sposób, że utraci całą swoją wilgoć
- zakończenie procesu, jego parametry zapewniają to, że czas suszenia będzie na tyle długi, że usunięta zostanie cała wilgoć z próbki
- używa się dodatkowych elementów i metod poprawiających oddawanie wilgoci z próbki o ile są one wymagane.

Na podstawie serii pomiarów wylicza się średnią arytmetyczną, która jest dobrym estymatorem dla prawdziwej wilgotności próbki.

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

Rozrzut wskazań wyników wilgotności dla danej próbki charakteryzuje eksperymentalne odchylenie standardowe. Można je wyliczyć poprzez poniższą zależność.

$$s(x_i) = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Niepewność standardowa wartości średniej \bar{x} serii pomiarów jest odchyleniem standardowym eksperymentalnym średniej arytmetycznej. Wylicza się je według poniższej zależności.

$$u(x) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Wprowadzie zależność ta dotyczy wartości średniej, jednak w zapisie używa się symbolu $u(x)$ a nie $u(\bar{x})$.

19. Wagosuszarki MA.3Y – wizualizacja

Wagosuszarka poza pewnymi możliwościami pomiarowymi (metrologia) posiada szereg udogodnień funkcjonalnych. Są one czasami nie mniej ważne niż sfera techniki, ponieważ pozwalają na szybką i ergonomiczną pracę. Współcześnie nie poświęca się zbyt dużo czasu na zgłębianie dokumentacji technicznej, raczej oczekuje się intuicyjnych rozwiązań takich jakie oferują wagosuszarki produkcji RADWAG.



Rysunek nr 28. Wagosuszarka serii MA.3Y – niektóre możliwości funkcjonalne

Główne cechy funkcjonalne wagosuszarek serii MA.3Y:

1. Programowalne czujniki podczerwieni – sterowanie pracą wagosuszarki
2. Porty komunikacyjne: 2 x USB 2.0; 4WE / 4WY; RS 232; Ethernet 10/100Mbit
3. Komunikacja bezprzewodowa, terminal – moduł wagowy
4. Personalizacja środowiska pracy - personalizacja wykorzystuje funkcję profilu użytkownika.
5. Automatyczna kontrola poziomu, opatentowany system LevelSENSING.

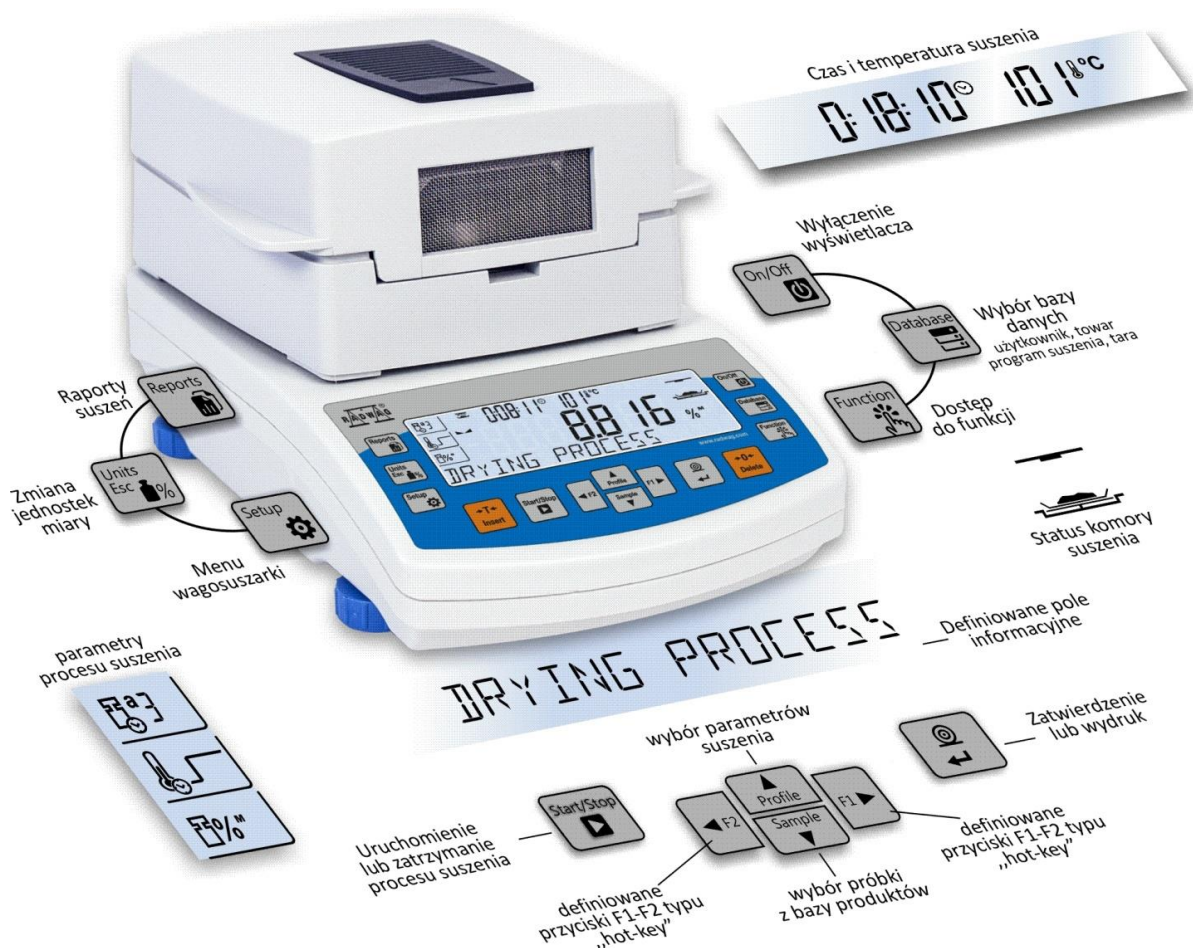
Dokumentacja procesu suszenia wykorzystuje 3 główne bloki informacyjne, takie jak nagłówek, linia oraz stopka. Poza tym można tworzyć własne zaawansowane wydruki tzw. wydruki niestandardowe zawierające zmienne wagosuszarki (np. data, czas, masa próbki itp.) oraz dowolne dane alfanumeryczne. Pozwala to uzyskać taki format wydruku jaki jest pożądany.

Parametry techniczne wagosuszarek MA.3Y

	MA 60.3Y	MA 200.3Y
Obciążenie maksymalne	60 g	200 g
Dokładność odczytu	0,1 mg	1 mg
Zakres tary	-60 g	-200 g
Wymiar szalki	ø 90, h= 8 mm	
Temperatura pracy	+10 - +40 °C	
Zasilanie	230V 50Hz AC	
Wyświetlacz	5,7" (panel dotykowy)	
Interfejs	2 x USB 2.0; 4WE / 4WY; RS 232; Ethernet 10/100Mbit, Wi-Fi	
Wymiary opakowania	595 × 395 × 420 mm	
Masa netto	6 kg	
Masa brutto	10 kg	
Maksymalna masa próbki	60 g	200 g
Dokładność odczytu wilgotności	0,0001 %	0,001 %
Powtarzalność wilgotności	+/-0,05% (próbka ~ 2g), +/-0,01% (próbka ~ 10g)	
Zakres temperatury suszenia	max 160 °C (opcja 250 °C)	
Wysokość badanej próbki	Max 20 mm	
Element grzewczy	promiennik IR (opcja halogen)	
Moc elementu grzewczego	400 W	
Sposób suszenia	4 profile suszenia (standardowy, szybki, schodkowy, łagodny)	
Opcje zakończenia suszenia	4 tryby (czasowy, definiowany, automatyczny, ręczny)	
Funkcje dodatkowe	identyfikacja próbki, wykres suszenia	

20. Wagosuszarki MA.R – wizualizacja

Typoszereg wagosuszek MA.R posiada praktycznie takie same możliwości funkcjonalne jak seria MA.3Y. Jednakże ze względu na typ zastosowanego wyświetlacza, dostęp do pewnych funkcji wymaga większej wiedzy w zakresie struktury menu urządzenia. Dotyczy to tych użytkowników, którzy zamierzają wykorzystywać bazy danych oraz programy suszenia.



Rysunek nr 29. Wagosuszarka serii MA.R – niektóre możliwości funkcjonalne

W wagosuszkach serii MA.R system informacyjny wykorzystuje 6 baz danych takich jak baza:

- użytkowników (max 100 użytkowników)
- towarów (do 1000 towarów)
- ważeń (do 1000 ważeń)
- tar (do 100 tar)
- programów suszenia (do 100 programów)
- raportów z procesów suszenia (do 1000 raportów)

Wymiana danych w ramach systemu odbywa się dwukierunkowo za pomocą złącza USB. Wagosuszarki MA.R pozwalają importować i eksportować bazy danych wykorzystując zewnętrzne nośniki Pendrive.

Parametry techniczne wagosuszarek MA.R

	MA 50/1.R	MA 50.R	MA 110.R	MA 210.R
Obciążenie maksymalne	50 g	50 g	110 g	210 g
Dokładność odczytu	0,1 mg	1 mg		
Zakres tary	-50 g	-50 g	-110 g	-210 g
Wymiar szalki	∅ 90, h = 8 mm			
Zasilanie	230V 50Hz AC			
Wyświetlacz	LCD (z podświetleniem)			
Interfejs	1×RS 232, USB-A, USB-B, WiFi (opcja)			
Wymiary opakowania	470 × 380 × 336 mm			
Masa netto	4,9 kg			
Masa brutto	6,4 kg			
Masa próbki	max 50 g	max 50 g	max 110 g	max 210 g
Dokładność odczytu wilgotności	0,0001 %	0,001 %		
Powtarzalność wilgotności	+/-0,05% (próbka ~ 2g), +/-0,01% (próbka ~ 10g)			
Zakres temperatury suszenia	max 160 °C (opcja 250 °C)			
Wysokość badanej próbki	Max 20 mm			
Element grzewczy	promiennik IR (opcja halogen)			
Sposób suszenia	4 profile suszenia (standardowy, szybki, schodkowy, łagodny)			
Opcje zakończenia suszenia	4 tryby (czasowy, definiowany, automatyczny, ręczny)			

21. Podsumowanie

Niewątpliwie wagosuszarki są urządzeniami o dużym stopniu uniwersalności. Dzięki temu można je stosować zarówno w czystych pomieszczeniach farmaceutycznych jak i w systemach nadzoru nad bieżącą produkcją. To czy za ich pomocą będą osiągnęte dokładne wyniki, w znacznej mierze zależy od przyjętej metodyki. Ta z kolei powinna być opracowana (zweryfikowana) podczas walidacji. Tylko takie podejście gwarantuje sukces i poprawną ocenę stanu faktycznego próbki.

Z licznych kontaktów z użytkownikami naszych wagosuszek wynika, że oczekują oni gotowych procedur suszenia dla swoich wyrobów. Wychodząc naprzeciw tym potrzebom RADWAG od wielu lat prowadzi działalność badawczą i edukacyjną w tym zakresie. Jednym z jej wielu przejawów jest ta publikacja. Można, zatem mieć nadzieję, że problemy tu omówione będą pomocne zwłaszcza dla tych, których zadaniem jest wdrożenie do użytkowania lub rozszerzenie funkcjonalności posiadanych wagosuszek. Być może będą to produkty firmy RADWAG, które mają wsparcie naszego Laboratorium od szeregu lat.

Sławomir Janas



WWW.RADWAG.PL