



Руководство по анализу влажностсодержания



Гениально практично

Содержание

1.	Значимость влагосодержания и обзор методов его измерения	4
	Определение влагосодержания.....	4
	Что такое термогравиметрический анализ влажности?	5
	Галогенные и металлические нагревательные элементы	5
2.	Установка и первичная настройка	6
	Выбор места для установки	6
	Первичная настройка	6
3.	Определение влагосодержания с использованием анализатора влажности серии MB	7
	Что такое метод?	7
	Параметры метода.....	8
	Подготовка образца	10
4.	Начало работы: предварительный анализ образца и разработка метода	11
5.	Очистка и техническое обслуживание	14
6.	Приложение А. Примеры методов.....	16
	Таблица практических примеров: примеры методов	16
	Устранение неисправностей	18
	Дополнительные советы относительно использования анализатора влажности	18
	Практический пример № 1. Однородность образца	19
	Литература	19

1. Значимость влагосодержания и обзор методов его измерения

Определение влагосодержания

Вода жизненно необходима. Она играет важную роль в физических и химических процессах, протекающих в нашем организме, это принципиальный компонент пищи, которую мы едим, и материалов, которые нас окружают. Во многих отраслях промышленности важное, а порой и решающее значение имеет измерение влагосодержания в веществах для оценки качества, регулирования производственных процессов и обеспечения соответствия продукции нормативным требованиям. Содержание воды определяет срок годности и стабильность многих продуктов. Например, наличие воды в пищевой продукции сильно влияет на ее чувствительность к химической, ферментативной или микробной активности.

Влагосодержание также важно для производства и использования:

- косметических средств;
- фармацевтических препаратов;
- пищевых продуктов;
- средств личной гигиены;
- целлюлозно-бумажной продукции;
- химических продуктов органического синтеза.

Измерение количества воды в некоторых материалах может быть очень трудным из-за сложности молекулы воды и ее способности образовывать прочные межмолекулярные связи. В большинстве случаев измерение воды означает измерение **влагосодержания, которое определяется как масса воды на единицу массы сухого материала.**

Анализаторы влагосодержания серии MB компании OHAUS измеряют влажность термogrавиметрически. Термogrавиметрический анализ влажности основан на принципе испарения воды в процессе сушки и определяет влажность через потерю массы, наблюдаемую при нагревании образца. При этом потерю массы за счет испарения воды невозможно отличить от потери массы за счет летучих компонентов или разложения образца. **По этой причине влагосодержание, измеренное термogrавиметрическим методом, учитывает все вещества, которые испаряются при нагревании образца и вызывают потерю массы. Поэтому при анализе с помощью термogrавиметрического устройства мы используем термин «содержание влаги», а не «содержание воды».**

Что такое термogrавиметрический анализ влажности?

Содержание влаги влияет на массу, плотность, вязкость, показатель преломления и электропроводность материала. Методы для определения содержания влаги обычно используют одно или несколько этих физических или химических свойств. Прямые измерения определяют наличие самой воды либо посредством ее удаления, либо посредством химического взаимодействия. Использование термogrавиметрического анализатора влажности — это способ прямого измерения влагосодержания в образце с использованием метода определения потери массы при высушивании (LOD).

В методе определения потери массы при высушивании измеряют массу образца до и после процесса сушки. Разница между этими значениями используется для определения процентного содержания влаги, которое рассчитывается как отношение массы, удаленной за счет сушки, к исходной массе образца.

Обычно такое измерение проводится в сушильной печи с использованием весов для определения исходной и конечной массы образца, после чего простым математическим расчетом вычисляется влагосодержание ($\frac{\text{исходная масса} - \text{конечная масса}}{\text{исходная масса}}$). На весь процесс обычно требуется несколько часов, а сам метод чувствителен к ошибкам пользователя. Анализатор влажности работает на таком же принципе, но представляет собой автоматизированную систему, в которой в одном устройстве объединены управляемый микропроцессором нагревательный элемент и анализатор. При использовании такого устройства содержание влаги в образце можно измерить за несколько минут, а не часов.

Галогенные и металлические нагревательные элементы

Термогравиметрические анализаторы влажности эффективно высушивают образец за счет передачи энергии как излучением (энергия в форме волн или частиц проходит сквозь среду, в данном случае образец), так и конвекцией (перенос тепла за счет перемещения массы). Напротив, обычная сушильная печь для высушивания образца использует главным образом конвекцию. И металлические, и галогенные нагревательные элементы излучают энергию в инфракрасной области спектра. (В анализаторах серии MB компании OHAUS используются оба метода.)

Инфракрасное (ИК) излучение — это часть электромагнитного спектра, расположенная между микроволновым диапазоном и видимым светом. Инфракрасные волны включают в себя тепловое излучение и имеют волновую частоту в диапазоне от 0,75 мкм (длинноволновый предел видимого красного света) до 1,5 мкм (граница микроволн). Инфракрасное излучение невидимо для человеческого глаза. Красный свет, который часто ассоциируется с инфракрасным нагревом, на самом деле является отраженным красным светом из видимой части спектра.

Некоторые анализаторы влажности используют металлический нагревательный элемент, который представляет собой просто кусок металла с низким сопротивлением, который превращает электричество в тепло. Такие нагреватели идеально подходят для условий, в которых присутствие стеклянных компонентов запрещено нормативными требованиями или по причинам безопасности (например, производство пищевых продуктов). Металлические нагреватели не идеальны, поскольку имеют очень большую теплоемкость и значительно дольше нагреваются, чем галогенные. Кроме того, ими труднее управлять, и они не обеспечивают оптимальную воспроизводимость в анализаторе влажности. В галогенных излучателях используется вольфрамовый нагревательный элемент, заключенный в компактную стеклянную трубку, заполненную газообразным галогеном для защиты вольфрамового элемента. Такой галогенный излучатель испускает инфракрасное излучение в коротковолновом диапазоне 0,75-1,5 мкм. Компактная форма галогенного излучателя позволяет улучшить инерционность нагрева и охлаждения, уменьшить время достижения нагревательным элементом полной тепловой мощности и значительно сократить время, необходимое для завершения сушки образца. Кроме того, можно более точно управлять излучателем в процессе нагрева.



Быстрый нагрев сокращает время измерения

При использовании инфракрасного галогенного нагрева сушка образца начинается за считанные секунды и выполняется до 40 % быстрее, чем в традиционных методах инфракрасного нагрева. В результате увеличивается производительность и повышается эффективность лаборатории.

2. Установка и первичная настройка

Для обеспечения высокой воспроизводимости и точности результатов очень важно, чтобы анализатор влажности был установлен правильно. Поскольку изменения окружающих условий могут негативно влиять на результаты измерений, анализатор влажности следует размещать в таком месте, где факторы окружающей среды (температура, влажность, вибрация и т. д.) как можно более стабильны.

Важно не только то, чтобы во время измерения температура оставалась неизменной, но и то, чтобы анализатор влажности располагался в таких же условиях, в которых он был откалиброван. Если условия эксплуатации изменяются, то для получения наилучших результатов необходимо выполнить повторную калибровку с использованием комплекта для калибровки по температуре. Порядок выполнения калибровки по температуре описан в руководстве по эксплуатации анализатора влажности серии MB.

В следующем разделе рассматриваются те факторы, которые необходимо учитывать при выборе места для установки анализатора влажности.

Выбор места для установки

Физическое расположение

Как и любые весы, анализатор влажности должен располагаться на прочном столе, который не подвержен вибрации. Поверхность должна быть достаточно устойчивой, чтобы никакие вибрации не регистрировались как изменение массы. Следует учесть, что в устройстве есть вентилятор, который прогоняет поток окружающего воздуха через камеру для поддержания постоянной температуры датчика веса при нагревании. Для обеспечения нормального функционирования этого вентилятора анализатор влажности должен размещаться на открытом месте и на расстоянии от стены.

Для очень чувствительных образцов или для случаев, в которых очень важна точность показаний, можно установить анализатор в камере с искусственным климатом, где строго контролируется температура и влажность.

Температура

Изменение температуры и условий холодного запуска (состояние запуска анализатора влажности после некоторого периода простоя) может отрицательно влиять на результаты. В идеале должна поддерживаться температура 20 °C. После установки устройства температура должна быть постоянной, а устройство не должно размещаться в непосредственной близости от других объектов (включая окна), которые выделяют тепло. Рабочая температура никогда не должна превышать предельные значения, указанные в руководстве по эксплуатации или в листе технических данных.

Относительная влажность

Важно также избегать быстрых изменений влажности, которые могут влиять на датчик веса и вызывать дрейф, что может приводить к неверным результатам измерения. Относительная влажность должна быть около 50 % и никогда не должна превышать предельные значения, указанные в руководстве по эксплуатации или в листе технических данных. После установки устройства относительная влажность должна поддерживаться постоянной.

Потоки воздуха

Как и любые весы, анализатор влажности должен располагаться в таком месте, где отсутствуют потоки воздуха. Это относится и к потокам воздуха, вызванным открытыми окнами или системами кондиционирования.

Первичная настройка

Включение

После настройки анализатора рекомендуется держать устройство подключенным к сети. Дисплей может выключаться с целью экономии энергии, а датчик веса должен быть постоянно включен и готов к измерению. При первом включении анализатора необходимо дать ему прогреться примерно 3 часа перед использованием.

Установка по уровню

Для обеспечения наилучшей точности взвешивания важно установить анализатор влажности по уровню. Чтобы выровнять анализатор влажности, необходимо вращать регулируемые опоры, пока пузырьковый уровень не окажется в надлежащем положении. За дополнительной информацией относительно правильной установки анализатора влажности по уровню следует обратиться к руководству по эксплуатации устройства.

Регулировка

Анализаторы влажности серии MB компании OHAUS поставляются отрегулированными и готовыми к использованию в оптимальных окружающих условиях. Перед первым использованием и в случае изменения окружающих условий (включая перемещение на новое место) рекомендуется вновь отрегулировать анализатор путем выполнения калибровки по массе и температуре для компенсации изменений, влияющих на количество энергии, которое доставляется на поверхность образца. Рекомендуется также, основываясь на опыте использования, периодически регулировать влажность для компенсации любых отложений веществ на внутренних поверхностях (подробная информация приведена в разделе, посвященном очистке и техническому обслуживанию).

3. Определение влагосодержания с использованием анализатора влажности серии MB

Примечание. Несмотря на то что в этом разделе рассматривается анализатор влажности MB120 компании OHAUS (некоторые функции могут быть недоступны на других моделях), описанные принципы применимы к любому термогравиметрическому анализатору влажности.

Анализаторы влажности серии MB компании OHAUS основаны на технологии галогенного нагрева (за исключением модели MB23, в которой используется металлический нагревательный элемент). Эти приборы могут использоваться для измерения влагосодержания в самых разных материалах.

Что такое метод?

Метод — это набор параметров, который определяет, каким образом высушивается образец. Метод состоит из программы сушки, температур, критерия выключения и других параметров, которые определяют, как отображаются результаты (например, единицы измерения). Пользователь может определить наилучший метод сушки, который дает необходимый результат.

Достоверность и точность

Достоверность — это характеристика измерения, отражающая близость измеренного значения к фактическому или истинному значению. Точность — это характеристика измерения, отражающая близость измеренных значений друг к другу. Обычно определяется стандартным отклонением серии измеренных значений. Важно отметить, что анализатор влажности должен быть точным: несколько образцов, измеренных в одинаковых условиях, должны давать совокупность результатов с очень маленькой дисперсией. Пользователь должен выбрать метод и подготовить образец так, чтобы обеспечить достоверность.



Чтобы пояснить эту концепцию, рассмотрим процесс выпекания печенья. Если тесто приготовлено одинаково и уложено однородными и единообразными кусками в форму для выпечки, то возможно, что печь может недопечь тесто (если температура слишком низкая или время выпекания слишком маленькое) или сжечь его (если температура слишком высокая или время выпекания слишком большое). Однако если тесто готовится единообразно и печется с использованием оптимальной температуры и времени, то все порции печенья должны получаться одинаковыми раз за разом. Аналогичным образом, если пользователь термогравиметрического прибора обеспечивает точность на входе, результаты должны иметь очень низкую дисперсию.

Параметры метода

Температура сушки

Анализаторы влажности серии МВ (в зависимости от модели) имеют широкий диапазон температур сушки. Хотя в режиме сушки можно выбрать температуру в диапазоне от 40 до 230 °С, большинство образцов измеряется при температуре в диапазоне от 100 до 140 °С.

Программы сушки

Влагосодержание (ВС) сильно зависит от температуры сушки, используемой для удаления влаги. Чрезмерный нагрев может привести к высокому значению влагосодержания из-за разложения образца или изменений химического строения. Если программа сушки слишком агрессивная, то показания искусственно завышаются, а результаты очень трудно воспроизвести. И наоборот, более низкие уровни нагрева могут сохранить целостность образца, но увеличивают время сушки, делая испытание невыгодным для использования в производственных условиях.

Анализаторы влажности серии МВ предлагают серию программ сушки, которые позволяют пользователю настроить профиль сушки для конкретного образца. За счет индивидуальной настройки программы можно оптимизировать измерения влажности так, чтобы улучшить условия сушки, сократить время анализа и вместе с тем минимизировать разложение образца или изменение химического строения. Таким образом улучшаются достоверность и воспроизводимость результатов испытания. Путем определения целевой температуры можно настроить четыре температурных программы: стандартная, ускоренная, ступенчатая и линейная.

Стандартная

Стандартная программа сушки наиболее распространена и подходит для большинства образцов. В этой программе задается целевая температура, которая поддерживается постоянной до конца измерения.

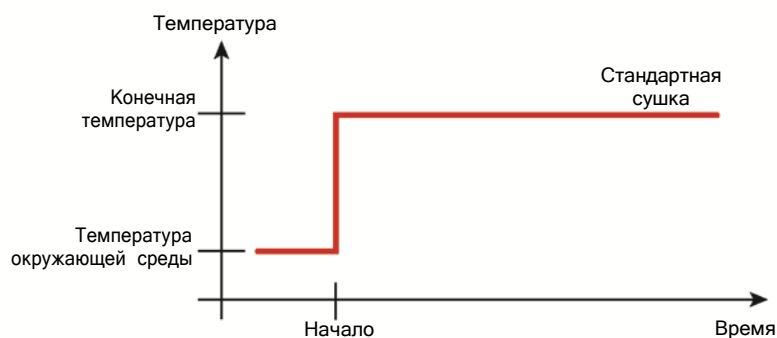


Рис 1. Стандартная программа сушки

Ускоренная

Ускоренная программа сушки пригодна для образцов с более высоким влагосодержанием, поскольку она основывается на высвобождении только доступной влаги и предотвращает обугливание образца. В этой программе температура поднимается выше целевого значения на 40 % в течение первых 3 минут, а затем возвращается к целевой температуре, которая поддерживается постоянной до конца измерения.

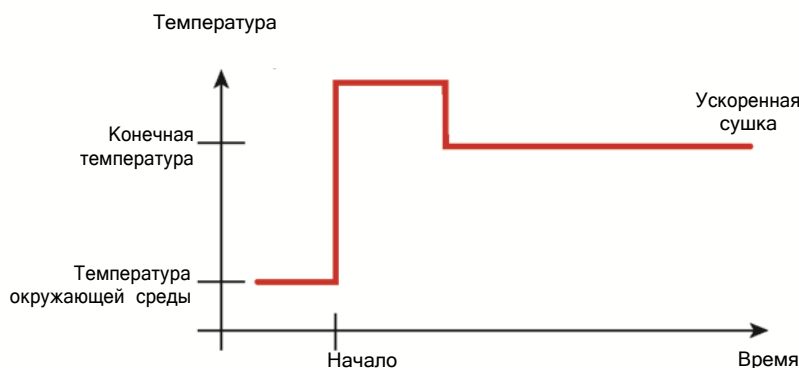


Рис 2. Ускоренная программа сушки

Ступенчатая

Ступенчатая программа сушки позволяет поддерживать постоянными несколько температур в течение определенных периодов времени, обеспечивая более строгий температурный контроль. Эта программа может быть полезна для анализа, в котором сначала используется более низкая температура для высушивания и измерения поверхностной влаги, а затем более высокая температура — для высвобождения и измерения связанной влаги. Или же сначала может использоваться более высокая температура для выжигания летучих растворителей, а затем более низкая — для измерения влагосодержания.

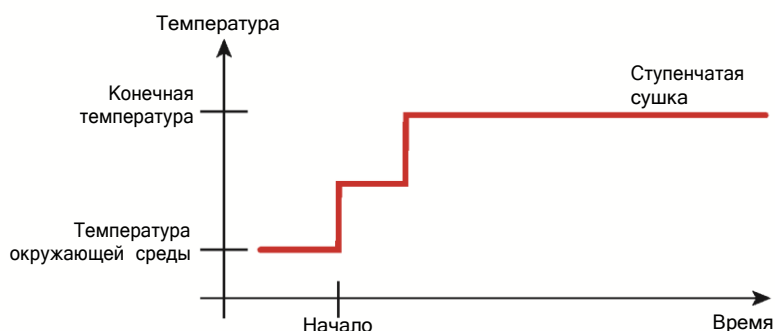


Рис 3. Ступенчатая программа сушки

Линейная

Линейная программа сушки позволяет постепенно повышать температуру в течение некоторого периода времени. Это может быть полезным для сушки вещества с высоким содержанием сахара, когда медленное линейное повышение температуры позволяет постепенно испарять связанную воду до образования карамелизованного слоя, под которым удерживается связанная вода.

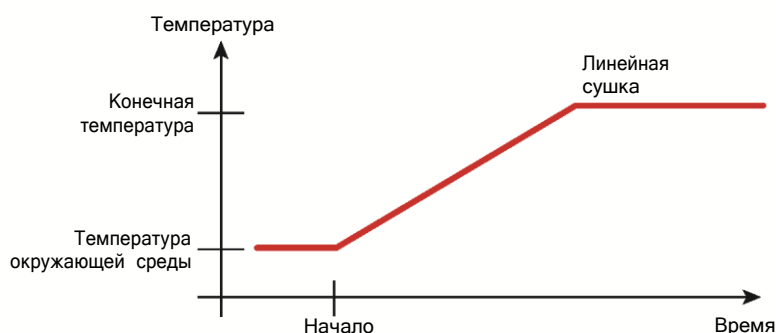


Рис 4. Линейная программа сушки

Критерий выключения

Критерий выключения определяет момент, когда анализатор влажности прекращает нагрев и считает, что измерение завершено. Это можно сделать либо вручную, либо с помощью нескольких встроенных опций для обеспечения достоверных, воспроизводимых результатов. Момент и порядок остановки программы нагрева можно запрограммировать в соответствии с планом выполнения анализа или условиями установившейся массы. Для анализаторов серии MB доступны следующие критерии выключения:

1. **Manual (Вручную)** — пользователь сам определяет конец измерения и выключает прибор.
2. **Timed (По времени)** — прибор выключается автоматически через заданный интервал времени (например, 10 минут).
3. **Auto (Авто)** — прибор выключается автоматически в зависимости от значения потери массы в единицу времени. Для встроенных критериев автоматического выключения конец измерения достигается, когда наблюдаемое общее изменение массы составляет менее 1 мг за определенный период времени. Варианты выбора:

A30 = потеря массы менее 1 мг за 30 с (быстро высушиваемые образцы или быстрые измерения).
A60 = потеря массы менее 1 мг за 60 с (большинство образцов).
A90 = потеря массы менее 1 мг за 90 с (медленно высушиваемые образцы).
4. **AFREE** — настраиваемое пользователем автоматическое выключение. Позволяет определить критерий выключения в соответствии с потерей массы за единицу времени.

Подготовка образца

Отбор и подготовка образца оказывают большое влияние на результаты определения влагосодержания и их воспроизводимость. Отбор образцов может проводиться на производственной линии через определенные интервалы времени или из каждой партии, выпущенной в конкретный день.

Для обеспечения воспроизводимых результатов необходимы представительные пробы, содержащие гомогенную смесь анализируемого материала. Во многих системах влагосодержание в разных частях материала неодинаково. Например, поверхность и края могут содержать меньше влаги, чем внутренние части. Для получения представительной пробы материал следует перемешать до однородности и для анализа использовать порции этой смеси (см. приложение, практический пример № 1).

Количество отобранного образца может влиять на результат определения влажности. Для получения надежного результата важно использовать соответствующее количество. Обычно рекомендуется использовать образец массой 5-10 г. Минимально допустимая масса составляет 0,5 г. Образцы малой массы следует использовать только в тех случаях, когда материал трудно получить или он дорогой.

Важно, чтобы образец был равномерно распределен по чашке для образца так, чтобы его физическое состояние позволяло поглощать ИК-излучение и рассеивать влагу. Хотя некоторые образцы можно сразу помещать в чашку, для улучшения процесса сушки иногда требуется изменить физическое состояние образца, например, измельчить его или размолоть. Важно, чтобы во время этого процесса образец не набирал и не терял влагу. Внимательное планирование всех операций позволяет легко избежать изменения влагосодержания при подготовке образца.

Рекомендуется измерять образец сразу после его подготовки. Хранение образца в герметично закрытом контейнере также поможет предотвратить миграцию влаги до анализа и между различными испытаниями.

Количество и распределение образца

Количество образца определяется тем, как он будет распределяться в чашке, и содержанием влаги в образце. В зависимости от влагосодержания количество анализируемого образца может влиять на оптимизацию условий сушки и воспроизводимость результатов. Примером этого может служить анализ мелассы, описанный в приложении (практический пример № 2).

На результаты анализа также влияет распределение образца в чашке. В идеале образец должен быть распределен тонким, равномерным слоем по всей поверхности чашки. Образец может сгорать там, где его слой слишком тонкий, или удерживать влагу там, где слой слишком толстый. В обоих случаях изменяется достоверность и воспроизводимость результата определения влажности.



Рис 5. Примеры правильного и неправильного распределения образца в чашке

Использование стекловолоконных дисков

Стекловолоконные диски можно использовать в качестве инертной пористой подложки для анализа жидких образцов. Дозирование жидкости на стекловолоконный диск уменьшает поверхностное натяжение образца и увеличивает общую площадь поверхности, сокращая время анализа. Диски, которые используются для очень чувствительных измерений или научных исследований, можно хранить в эксикаторе, чтобы избежать влияния на результат определения влажности. (Для повседневных анализов это необязательно.)

Стекловолоконные диски можно также использовать с материалами, чувствительными к воздействию тепла, или материалами, которые при сушке образуют пленки. Использование диска в качестве верхнего слоя или размещение материала между двумя дисками (сэндвич) защищает образец от ИК-излучения. Образец можно высушить за счет обычного тепла, а не прямого воздействия ИК-излучения.

4. Начало работы: предварительный анализ образца и разработка метода

Анализаторы влажности серии MB компании OHAUS можно использовать для анализа самых разных материалов. Анализаторы серии MB предоставляют широкий выбор опций (температура, программы сушки, критерии выключения), которые можно использовать для создания оптимального метода для анализа конкретного вещества. Однако создание такого метода может быть непростой задачей, и поэтому при разработке метода рекомендуется уделить достаточно времени для проведения экспериментов.

При разработке и оптимизации протокола испытания важно понимать природу анализируемого материала. Перед началом работы необходимо рассмотреть следующие три фактора:

Приблизительное влагосодержание	• Определенное на основании данных в специальной литературе • Рассчитанное из исходных ингредиентов • Оцененное путем сравнения с родственными материалами
Чувствительность к теплу	• Наличие летучих компонентов, помимо воды • Наличие горючих компонентов • Параметры горения образца
Физическое состояние образца	• Свойства поверхности, повышенное поглощение ИК-излучения • Равномерное распределение образца для нагрева • Повышенная теплопроводность • Способность к рассеиванию тепла и влаги с поверхности

Наиболее распространенный способ разработки метода для конкретного вещества — это получение эталонного значения, а затем создание метода для воспроизведения целевого значения за максимально короткое время сушки. Для получения эталонного значения рекомендуется использовать метод определения потери массы при высушивании (LOD), анализатор и сушильную печь. Или же можно использовать эксикатор, титратор по Карлу Фишеру или другие методы.

После получения эталонного значения можно приступить к разработке соответствующего метода на анализаторе влажности. Рекомендуется подготовить образец и высушить его при оптимальной теоретической температуре, а затем проанализировать получившуюся кривую сушки.
Например:

- стандартная программа сушки при 120 °C;
- критерий выключения: A60.

Интерпретация полученной кривой сушки поможет определить подходящие условия анализа для конкретного образца. Асимптотические кривые сушки характерны для образцов, которые во время сушки достигают постоянного значения влажности. Оптимизация температурного профиля и критерия выключения обычно не вызывает трудностей и приводит к воспроизводимым результатам.

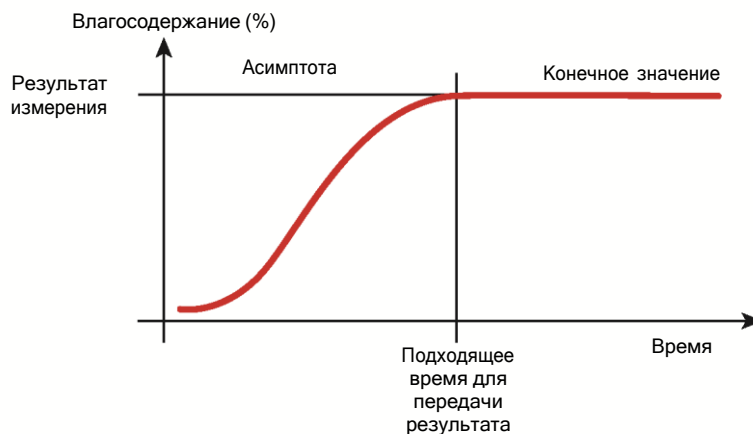


Рис 6. Изображение асимптотической кривой, установившаяся масса

В приведенном примере (рис. 6) образец достигает установившейся массы, и выполняется критерий автоматического выключения. Если достигнутое конечное значение ниже, чем ожидаемое, это указывает, что температура недостаточно высока, чтобы высвободить всю связанную влагу. Следует повысить температуру и повторить измерение, пока не будет достигнута оптимальная температура. И наоборот, если результирующее значение слишком высокое, это может означать, что состав образца изменяется (образец сгорает). Следует понизить температуру и повторить измерение. Важно визуально проверить образец на наличие признаков горения или обугливания.

В других случаях образцы могут так и не достигнуть постоянной массы на всем протяжении процесса сушки. Профиль сушки тогда приближается к графику, показанному на рис. 7. Этот тип кривой характерен для образца, претерпевающего термическое разложение или непрекращающееся испарение летучих компонентов. Оптимизация в этом случае может потребовать снижения температурного профиля, использующегося для сушки. Выключение по времени и постоянная исходная масса образца также помогают улучшить воспроизводимость.

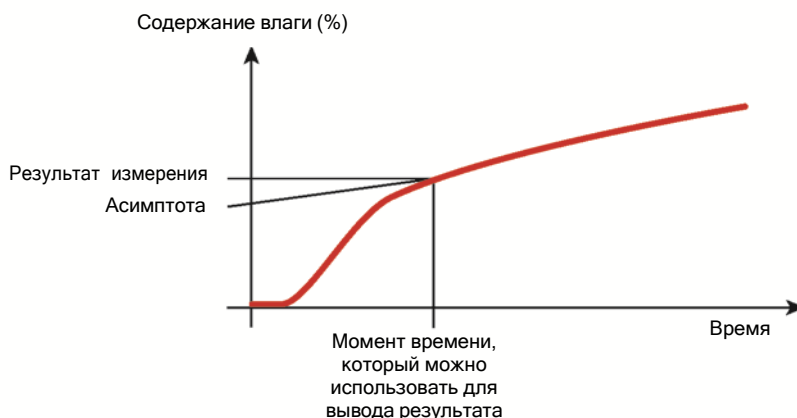


Рис 7. Изображение кривой сушки, которая не достигает установившейся массы

В некоторых случаях может потребоваться определить влагосодержание только с использованием анализатора влажности (т. е. эталонное значение отсутствует или не может быть измерено). В таких случаях разработку метода следует выполнять так, как описано выше, с целью достижения максимально короткого времени сушки и наиболее воспроизводимых результатов. Для определения и подтверждения правильности метода необходимо выполнить несколько измерений. Следует отметить, что в этом случае результат может не отражать фактическое содержание влаги, однако его можно использовать как приблизительный критерий оценки: хотя конечное значение не показывает точное содержание влаги, по нему можно судить об отклонениях в действительном влагосодержании образца.

Соответствие анализатора влажности требованиям GLP/ISO

Для поддержания конкурентоспособности большинство компаний уделяют огромное внимание контролю качества, и анализатор влажности играет важную роль в системе контроля качества. Анализатор MB120 компании OHAUS предназначен либо для простой интеграции в общую систему управления качеством согласно GLP или GMP, либо для внедрения в организацию как часть стандарта, такого как ISO 9000. В соответствии с требованиями GLP и стандартов ISO необходима прослеживаемая документация для всех процедур калибровки и регулировки, а также испытаний, которые выполняются на измерительном приборе.

Взвешивающий компонент любого анализатора влажности компании OHAUS можно отрегулировать в соответствии с процедурой, изложенной в руководстве по эксплуатации, и с использованием сертифицированной гири.

Нагревающий компонент или компонент измерения температуры можно также отрегулировать с использованием специальной процедуры, разработанной для анализаторов влажности. Нагревательный элемент можно отрегулировать в соответствии с процедурой, описанной в руководстве по эксплуатации. Эту процедуру можно выполнять с использованием калиброванного термометра и таким образом гарантировать, что влагосодержание будет определяться в одинаковых условиях независимо от места установки прибора.

Эти регулировки можно задокументировать с использованием программного обеспечения прибора и подключенного принтера.

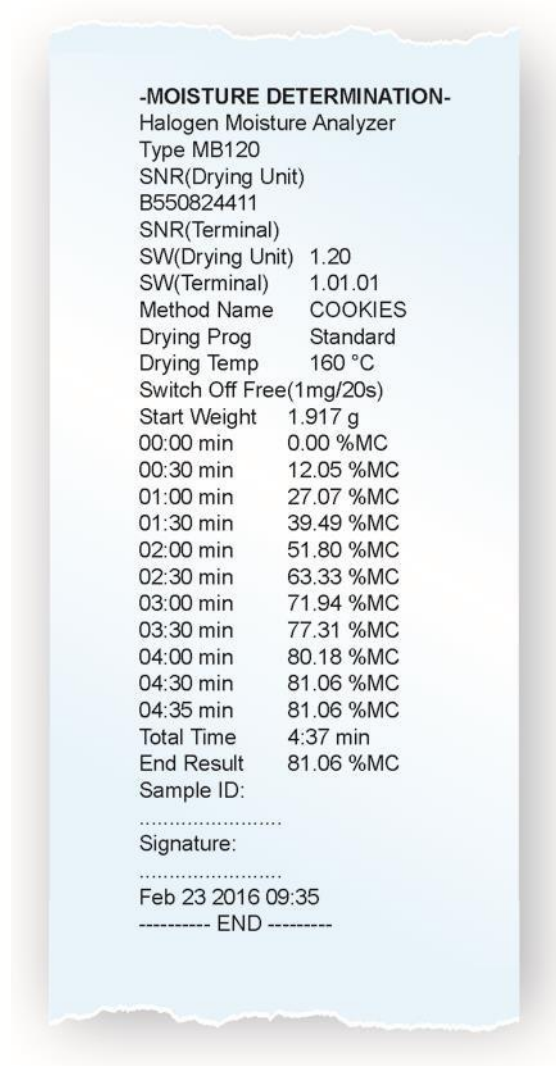


Рис 8. Пример распечатки после завершения испытания



5. Очистка и техническое обслуживание

Поддержание анализатора влажности в чистоте помогает обеспечивать оптимальную работоспособность прибора и получение воспроизводимых результатов. Важно проверять, чтобы на всех поверхностях нагревательной камеры отсутствовали пыль и отложения от предыдущих измерений. Область вокруг чашки для образца должна быть чистой. В случае необходимости следует снять защитный кожух и очистить его. Для протирки всех поверхностей рекомендуется использовать мягкое моющее средство. Для того чтобы постоянное количество энергии равномерно подавалось на образец, конструкция анализаторов MB90 и MB120 позволяет снять защитное стеклянное кольцо под нагревательным элементом и легко очистить его (никакие инструменты не требуются).

[illegible]

Приложение А. Примеры методов

Таблица практических примеров: примеры методов

Приведенная ниже таблица была составлена при использовании анализатора влажности MB45. Типичные образцы из различных отраслей промышленности проанализировали для определения влагосодержания. Указаны метод подготовки образцов, программы нагрева, критерии выключения и результат определения влагосодержания (% ВС). Эта таблица может служить в качестве справки при определении рабочих программ для конкретного образца. Рекомендуется оптимизировать выбранную программу в соответствии с конкретными требованиями.

Образец	Целевая масса	Метод подготовки	Программа сушки
Сухие пищевые ингредиенты			
Мука	3 г	Как есть, хорошо перемешанная	Ускоренная, 130 °С
Кукурузная мука	3 г	Как есть, хорошо перемешанная	Ускоренная, 130 °С
Какао-порошок	3 г	Как есть, хорошо перемешанный	Стандартная, 160 °С
Блинная мука	3 г	Как есть, хорошо перемешанный	Стандартная, 160 °С
Сухая смесь для кекса	3 г	Как есть, хорошо перемешанный	Стандартная, 140 °С
Сухое молоко	3 г	Как есть, хорошо перемешанный	Ускоренная, 80 °С
Растворимый кофе	3 г	Как есть, хорошо перемешанный	Стандартная, 95 °С
Сахарные сиропы			
Мед	1 г	Слой между дисками (сэндвич)	Ступенчатая, 130 °С, 5 мин; 110 °С, 3 мин
Мелассы	1 г	Слой между дисками (сэндвич)	Ступенчатая, 130 °С, 5 мин; 110 °С, 3 мин
Кукурузный сироп	1 г	Слой между дисками (сэндвич)	Ступенчатая, 140 °С, 3 мин; 110 °С, 6 мин
Готовые печенье и жареные продукты питания			
Кекс	3 г	Однородная смесь крошек	Ступенчатая, 140 °С, 3 мин; 110 °С, 4 мин
Крекер	3 г	Измельченные однородные крошки	Ускоренная, 80 °С
Сахарное печенье	5 г	Измельченные однородные крошки	Ускоренная, 95 °С
Картофельные чипсы	3 г	Небольшие кусочки	Стандартная, 95 °С
Жареный арахис	3 г	Измельчение, 15 с	Стандартная, 95 °С
Разные пищевые продукты			
Морковь	3 г	Нашинкованная	Ступенчатая, 180 °С, 3 мин; 120 °С, 3 мин
Обезвоженные овощи	2 г	Как есть	Ускоренная, 80 °С
Сухие травы	1 г	Как есть	Стандартная, 110 °С
Пудинг (закуска)	2 г	Слой между дисками (сэндвич)	Ступенчатая, 180 °С, 3 мин; 120 °С, 3 мин
Сметанная заправка для салата	3 г	Слой на стеклянном диске	Ступенчатая, 180 °С, 3 мин; 120 °С, 3 мин
Обезжиренная заправка для салата	2 г	Слой между дисками (сэндвич)	Ускоренная, 130 °С
Корм/зерно для животных			
Сухой корм для собак	5 г	Измельчение, 30 с	Ускоренная, 80 °С
Гранулированный корм для животных	5 г	Измельчение, 30 с	Ускоренная, 110 °С
Дробленое зерно	5 г	Измельчение, 30 с	Ускоренная, 110 °С
Семена ржи	5 г	Измельчение, 45 с	Ускоренная, 110 °С
Средства личной гигиены			
Жидкое мыло для рук	1 г	Тонкий слой на диске	Ступенчатая, 180 °С, 3 мин; 120 °С, 1 мин
Кусковое мыло	2 г	Тонкая стружка в чашке	Стандартная, 110 °С
Зубная паста	1 г	Тонкий слой на диске	Ускоренная, 130 °С
Крем для кожи	1 г	Тонкий слой на диске	Ступенчатая, 180 °С, 3 мин; 120 °С, 8 мин
Твердый дезодорант	2 г	Тонкая стружка в чашке	Стандартная, 110 °С
Стиральный порошок	3 г	Как есть	Ускоренная, 110 °С
Разное			
Латексная краска	1 г	Слой между дисками (сэндвич)	Ускоренная, 170 °С
Столярный клей	1 г	Тонкий слой на диске	Стандартная, 135 °С
Строительный раствор	3 г	Как есть	Ускоренная, 200 °С
Смесь грунта для горшечных растений	3 г	Как есть	Ускоренная, 200 °С

	Критерии исключения	Время	Содержание влаги % ВС	Значение вероятности (%)
	A/60	4 мин	13,4	0,11
	A/60	4 мин	12,5	0,15
	По времени	5 мин	7,4	0,12
	По времени	5 мин	12,4	0,07
	Вручную	4 мин	5,2	0,09
	Вручную	4 мин	3,7	0,2
	A/30	5 мин	14,5	0,06
	По времени	8 мин	16,1	0,07
	По времени	8 мин	21,7	0,48
	A/30	9 мин	21,7	0,1
	A/30	7 мин	33,6	0,2
	A/60	4 мин	3,7	0,04
	По времени	4 мин	5,3	0,03
	A/30	2 мин	0,78	0,08
	По времени	5 мин	1,3	0,04
	A/30	18 мин	89,4	0,08
	A/30	3 мин	2,4	0,01
	A/30	2 мин	9,8	0,04
	A/30	15 мин	71	0,1
	Вручную	4 мин	34,9	0,95
	A/30	10 мин	72,6	0,14
	По времени	4 мин	5,8	0,08
	По времени	4 мин	11,3	0,13
	По времени	4 мин	10,2	0,04
	По времени	4 мин	10,6	0,21
	A/30	4 мин	82	0,09
	A/30	7 мин	9,74	0,21
	A/30	3 мин	34,7	0,03
	A/30	11 мин	87,7	0,35
	A/30	9 мин	36,7	0,4
	A/30	3 мин	6,2	0,22
	A/30	5 мин	58,3	0,26
	A/30	7 мин	52,9	0,42
	A/30	1 мин	1,73	0,04
	Вручную	5 мин	68,9	0,66

Устранение неисправностей

Ниже в таблице представлены возможные решения проблем, которые могут возникнуть при использовании анализатора MB45.

Проблема	Возможные решения
Выгорание образца во время анализа	- Понизить температуру - Применить ступенчатую или линейную программу контроля температуры - Сократить время измерения или воздействия тепла - Защитить образец: накрыть стекловолоконным диском
Анализ занимает слишком много времени	- Повысить температуру сушки - Использовать ускоренную или ступенчатую программу - Уменьшить размер образца - Увеличить площадь поверхности за счет использования стекловолоконного диска
Недостовверные результаты	- Увеличить массу образца (низкое содержание влаги (% ВС)) - Уменьшить массу образца (высокое содержание влаги (% ВС)) - Применить критерий автоматического выключения - Проанализировать профиль сушки относительно достижения постоянной массы - Убедиться в однородности образцов
Невоспроизводимые результаты	- Убедиться в единообразии подготовки образцов и отсутствии влияния подготовки на образец - Применить критерий автоматического выключения - Оценить профиль сушки: выгорание образца или недостаточная сушка
Образец теряет массу во время взвешивания	- Предусмотреть время для охлаждения прибора между измерениями - Помещать образец в чашку за пределами модуля сушки
Образец не достигает постоянной массы во время сушки	- Использовать критерий выключения по времени - Понизить температуру сушки
Образец плавится во время нагревания	Использовать стекловолоконный диск
Образец имеет низкое влагосодержание	Увеличить размер образца
Образец содержит горючий материал	Выполнять указания по технике безопасности в руководстве по эксплуатации

Дополнительные советы относительно использования анализатора влажности

Анализаторы влажности серии MB компании OHAUS — это превосходные инструменты для повседневных анализов в производственных условиях. Это прочные, простые в эксплуатации приборы, которые обеспечивают быстрое получение достоверных результатов. Эти устройства можно также использовать в исследовательской лаборатории в качестве рабочего инструмента для фундаментальных научных исследований. Для того чтобы измерения, выполненные с помощью устройства, были воспроизводимыми и максимально точными, следует принять определенные меры предосторожности. Ниже приведены некоторые предложения относительно контроля рабочих параметров анализатора влажности.

- Следует дать прибору достаточно охладиться между измерениями. Если прибор остается очень горячим после предыдущего измерения, это может повлиять на значение исходной массы образца и привести к неточности результата определения влагосодержания.
- Все образцы анализируемого материала должны иметь одинаковую исходную массу. Поскольку конечное значение массы определяется конкретным процессом сушки, постоянство исходной массы минимизирует различия, связанные с физическими параметрами ввода образца и профиля сушки.
- По возможности следует контролировать окружающие условия в лаборатории. Для очень чувствительных образцов или для случаев, в которых очень важна точность показаний, рекомендуется установить анализатор в камере с искусственным климатом, где строго контролируется температура и влажность. В общем случае для минимизации воздействия экстремальных температур, потоков воздуха и других условий окружающей среды лучше всего установить прибор в помещении без окон.

Практический пример № 1. Однородность образца

Следующий практический пример демонстрирует важность однородности образца. В этом случае определяли влагосодержания в бисквитном кексе на яйцах. От кекса в разных местах отломали кусочки, затем разломали их на мелкие крошки и распределили по чашке для взвешивания. Образцы высушили с использованием ступенчатой программы (140 °C, 3 мин; 110 °C до сухого состояния). Конец анализа определяли с использованием критерия автоматического выключения (A30).

Результаты первых трех анализов:

Влагосодержание (%) = 35,03, 36,05, 32,95

Среднее значение = 34,68

Стандартное отклонение = 1,58

Результаты испытания показали значительный разброс с очень высоким стандартным отклонением. Анализ кривой сушки и конечного продукта после сушки показал, что сушка была достаточной, без разложения образца. Это означало, что температурный профиль был подходящим для данного кекса и что проблема может быть связана с неоднородностью самого образца. Приготовили новый образец: сделали поперечный срез, разломали полученный кусок на мелкие крошки и хорошо перемешали. Вторую серию анализов выполнили на более однородной смеси образца кекса.

Результаты второй серии анализов с использованием однородного образца кекса:

Влагосодержание (%) = 33,60, 33,83, 33,42

Среднее значение = 33,62

Стандартное отклонение = 0,2

Полученные во второй серии результаты демонстрируют более высокую воспроизводимость со стандартным отклонением в пределах рабочего диапазона прибора.

Литература

Hamburg, Morris. *Basic Statistics 3rd edition*. Harcourt Brace Jovanovich Inc., 1985.

Electronic Spectrum. NASA Observatorium-Reference Module, 1999.

Elementary Concepts of Statistics. Electronic Textbook Statsoft, 1999.

Fennema, Owen. Water and Ice. *Food Chemistry 2nd*, Marcel Dekker, Inc., 1985.

Methods of Moisture Content Determination. Mettler Toledo, 1998.



OHAUS Corporation

Компания OHAUS Corporation, главный офис которой находится в городе Парсиппани, штат Нью-Джерси (США), производит широкий ассортимент прецизионных электронных и механических весов для всех отраслей промышленности. Мы являемся мировым лидером в производстве лабораторных, промышленных и учебных приборов, а также предлагаем продукцию для специализированных рынков, таких как пищевое фармацевтика пищевая и ювелирная промышленность. Производство компании OHAUS сертифицировано по стандарту ISO 9001:2008, а продукция отличается точностью, надежностью и доступной ценой. Техническая поддержка компании — лучшая в отрасли.

За дополнительной информацией обращайтесь в компанию OHAUS Corporation: сайт www.ohaus-cis.ru

OHAUS Corporation является производителем, сертифицированным по ISO9001:2008. ISO 9001:2008 Зарегистрированная система управления качеством

METAC

Официальный дилер Ohaus
Украина, 02090, г.Киев, ул.Володимира Сосюри 68
+38 050-190-81-51
vesservice.kiev@gmail.com
www.ohaus.com.ua

Представительство в странах СНГ ISO 9001:2015
Зарегистрированная система управления качеством

20190818 © Copyright OHAUS Corporation

