

СПРАВОЧНОЕ РУКОВОДСТВО

по выполнению измерений на
анализаторе влажности «ЭВЛАС-2М»

Настоящее Справочное руководство предназначено для расширенного изучения процесса высушивания исследуемой пробы, параметров отключения, заложенных в анализаторе влажности «ЭВЛАС-2М», а также содержит пути улучшения воспроизводимости результатов измерения, методику оформления результатов измерения и другую полезную информацию для потребителя, и является неотъемлемым приложением Руководства по эксплуатации САП 022.00.00.000 РЭ.

Анализатор влажности «ЭВЛАС-2М» (далее влагомер) реализует термогравиметрический метод определения влажности. Этот метод основан на высушивании пробы с известной исходной массой, взвешивании остатка и вычислении относительного изменения массы. В отличие от сушильного шкафа, где циркулирующий горячий воздух нагревает пробу снаружи по направлению внутрь, и этим утрачивается эффективность высушивания, так как с испарением влаги поверхность пробы охлаждается, во влагомере инфракрасные лучи проникают в пробу беспрепятственно, преобразуются в ней в тепловую энергию, которая вызывает испарение и, следовательно, высушивает пробу. Поэтому инфракрасное высушивание пробы является более быстрым, чем высушивание в сушильном шкафу (в среднем 5-15 мин.), следовательно, установки времени и температуры для сушильного шкафа не могут быть автоматически перенесены для инфракрасного высушивания пробы.

Влагомер сам выполняет данные операции: встроенное взвешивающее устройство автоматически определяет начальный вес пробы, затем начинается этап высушивания. Взвешивающее устройство осуществляет непрерывное измерение веса пробы и передает данные на микропроцессор, который сравнивает каждое текущее значение с предыдущим. Как только достигается предварительно заданный параметр отключения, влагомер прекращает процесс высушивания, считает начальный и конечный вес и выводит результаты на индикатор.

Ошибки расчета или измерения исключены, так как в течение всего анализа проба остается внутри влагомера, а все вычисления делает микропроцессор.

Во влагомере заложены три параметра отключения, определяемые пользователем: **Таймер**, **Порог** (полуавтоматический параметр отключения) и **Автомат** (автоматический параметр отключения).

Таймер - высушивание пробы при заданной температуре в течение заданного времени.

Если Вы выбрали параметр отключения Таймер, то кнопку «» выставьте нужную Вам температуру, а кнопку «» выставьте время, в течение которого будет высушиваться Ваша проба. Если Вы выставите знак «∞» при выборе времени, то влагомер будет высушивать Вашу пробу бесконечно долго.

Если полученные результаты оказались выше фактического значения влажности продукта по ГОСТ, то необходимо уменьшить время высушивания или (и) температуру. Если результат ниже - то увеличить время высушивания или (и) температуру.

Порог – высушивание пробы при заданной температуре и заданном интервале сравнения текущего значения влажности с предыдущим значением (так называемым «Опросом»). Анализ заканчивается, как только значение изменения влаги в пробе станет меньше заданного значения (так называемого «Порога»). Например, если Вы зададите изменение влаги 0,02% (Порог) в течение 24 сек. (Опрос) в качестве предельной величины, то влагомер автоматически прервет процесс сушки, как только изменение содержания влаги в пробе станет менее 0,02% в течение 24 сек.

Если Вы выбрали параметр отключения **Порог**, то кнопкой «  » выставьте нужную Вам температуру, при которой будет высушиваться Ваша проба, кнопкой «  » выставьте необходимое Вам значение опроса, а кнопкой «  » - порог срабатывания.

Данный параметр отключения необходим для обеспечения оптимальной адаптации к специфическим пробам, а также для улучшения воспроизводимости результатов и уменьшения времени измерения. Например, для уменьшения времени измерения нужно увеличить температуру высушивания (на 5-10 град.С) и порог (на 0,01-0,03%), а также уменьшить время опроса. Для уменьшения влияющих факторов на результат измерения (скачки напряжения в сети, вибрация, воздушные потоки со скоростью движения воздуха более 0,2 м/с и т.д.) и улучшения воспроизводимости результатов измерения необходимо увеличить время опроса (на 8-40 сек.) и уменьшить порог и температуру. Основным критерием при выборе установок должно быть отсутствие продуктов распада измеряемой пробы.

Для влагомера «ЭВЛАС-2М» в Приложении 2 указаны рекомендованные значения температуры высушивания пробы, массы навески и оптимальные значения порога и опроса в режиме работы **Порог** влагомера.

Автомат (автоматический параметр отключения) – когда влажность не изменяется в течение заданного интервала сравнения (Опроса) при заданной температуре, то есть Порог равен нулю.

Если полученные результаты оказались выше фактического значения влажности продукта по ГОСТ, то необходимо уменьшить температуру на 5 ÷ 10 °С. Если результат ниже, то увеличить температуру.

Для влагомера «ЭВЛАС-2М» в Приложении 1 указаны рекомендованные значения температуры высушивания пробы и массы навески в автоматическом режиме работы влагомера.

Масса навески не должна отличаться от указанных в Приложении 1 и 2 более чем на 0,5г., при этом проба должна быть распределена равномерно по всей поверхности чаши для проб.

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений представляют в виде:

$$(W \pm \Delta), \quad (P = 0,95),$$

где W – влажность (массовая доля влаги) анализируемого продукта (%), определенная влагомером;

Δ - границы абсолютной погрешности при доверительной вероятности 0,95.

Результаты измерений оформляются записью в журнале и удостоверяются лицом, проводившим измерения, а при необходимости, руководителем (главным метрологом) организации (предприятия), подпись которых заверяется печатью.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль точности включает контроль сходимости погрешности результатов измерений и контроль точности результатов измерений.

1. Контроль сходимости результатов измерений.

Образцами для контроля сходимости являются рабочие пробы продуктов. Контроль сходимости проводится при анализе каждой партии продукта. При контроле проводят два измерения отобранной для анализа пробы.

Результаты контроля признаются положительными, если

$$| W1 - W2 | \leq d, \quad (1)$$

где $W1$ – первый результат измерений влажности (массовой доли влаги) анализируемой пробы i – ой партии;

$W2$ – второй результат измерений влажности (массовой доли влаги) анализируемой пробы i – ой партии;

d – допускаемое расхождение между результатами измерений анализируемой пробы.

Если по результатам двух измерений результат контроля получается неудовлетворительным, необходимо провести третье измерение. Если среди трех результатов измерений не окажется двух, удовлетворяющих требованию (1), результаты контроля признаются неудовлетворительными.

Если результаты контроля неудовлетворительные, то измерения влажности приостанавливают, выясняют и устраняют причины неудовлетворительных результатов, после чего процедуру контроля повторяют.

Контроль сходимости проводится при анализе каждой партии продукта.

2. Контроль погрешности результатов измерений осуществляют путем сличений результатов, полученных на влагомере и в сушильном шкафу.

Контроль погрешности проводится не реже 1 раза в год при поверке влагомера.

Помните, что предел абсолютной инструментальной погрешности влагомера – не более $\pm 0,2\%$, а диапазон значений погрешностей результатов измерения влажности в зависимости от анализируемого материала составляет от $\pm 0,2\%$ до $\pm 1,5\%$. Погрешность результата измерения будет состоять, как минимум, из суммы вышеперечисленных погрешностей. Пути уменьшения систематической постоянной погрешности результата измерения и увеличения сходимости результатов измерения были указаны выше. Еще один путь увеличения сходимости результатов измерения будет описан в следующем разделе (см. отбор и приготовление проб).

ПОЛЕЗНАЯ ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ ПОТРЕБИТЕЛЯ

Влажность вещества включает не только содержание воды, но и все летучие компоненты (жиры, масла, ароматизаторы, растворители, спирт и продукты распада (при перегреве пробы)). Следовательно, абсолютное измерение уровня влагосодержания возможно только в минералах (песок, стекло, металл), где влага содержится только в виде воды.

Если вещество жидкое или газообразное, влагосодержание определяется как выраженный в процентах вес воды, содержащейся в заданном объеме образца, и в этом случае он называется гигроскопической влагой (влажностью).

Влага, удерживаемая на поверхности какого-либо материала, называется адгезивной водой.

Свободная вода, присутствующая в гигроскопической влаге, а также во влаге, удерживаемой на каком-либо материале при определенных условиях (давление,

температура, объем и т.п.), называется абсорбированной водой, и является эквивалентом влагосодержания.

Вода, входящая в химическое соединение с каким-либо материалом или находящаяся внутри него, - это кристаллизационная или гидратированная вода, а соответствующая влажность - связанная вода или комбинированная вода.

Поскольку возможны различные виды классификации влагосодержания, которым соответствуют различные наименования, то оценка результатов измерения, а также их обработка требуют особого внимания.

Запрещается:

- проводить измерения взрывоопасных и легко воспламеняющихся материалов, а также материалов, выделяющих сильный запах при нагреве;
- материалы, у которых сначала происходит высушивание поверхностного слоя, и при этом образуется мембрана, создающая высокое внутреннее давление, так как это может быть опасно;
- материалы, свойства которых неизвестны, и, следовательно, они могут попасть в две описанные выше категории.

Не рекомендуется изменять массу навески, так как уменьшение массы приведет к увеличению погрешности, а увеличение массы приведет к тому, что слой пробы может не прогреться внутри равномерно и, следовательно, показатель сходимости ухудшится. От того, как проба размещена на чашке, зависит распределение тепла. Для точного определения уровня влагосодержания необходимы равномерный нагрев и испарение. Поэтому образец должен располагаться на чашке плоско и равномерно.

Правильный отбор и приготовление проб – залог получения точных и стабильных результатов определения влажности.

Проба должна быть:

- очищена от посторонних примесей (косточек, оболочек, костей и т. д.);
- однородна (измельчена для твердых и сыпучих веществ дроблением и просеиванием, для влажных продуктов перемалыванием до паштетообразного состояния);
- сохранять исходную влажность (хранение в емкостях с плотно закрывающимися крышками и заполненными не менее 2/3 объема);
- перед измерением доведена до температуры 20±2 град.С (с помощью водяной бани);
- тщательно перемешана перед взятием навески;
- равномерно распределена по всей поверхности чаши для проб или подложки (с помощью ложечки для проб, вилки для разравнивания или шпателя).

Для приготовления проб необходимы:

- мясорубка бытовая по ГОСТ4025 или электрическая по ГОСТ 20469;
- миксер электрический;
- блендер электрический;
- мельница лабораторная ЛЗМ или другого типа;
- ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147;
- терка бытовая;
- сито с диаметром отверстий 1,0мм, 5,0мм, № 1 и 08;
- емкости для проб с плотно закрывающимися крышками;
- водяная баня;

- фольга пищевая;
- марля медицинская по ГОСТ 9412-77.

Если Вы хотите добиться особой точности при использовании подложки, высушите ее предварительно во влагомере.