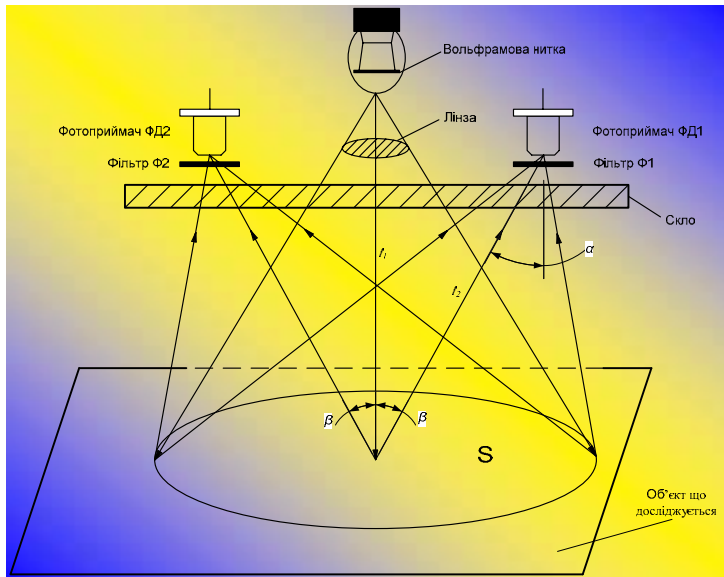


В. В. Богачук, Б. І. Мокін



***МЕТОДИ ТА ЗАСОБИ
ВИМІРЮВАЛЬНОГО
КОНТРОЛЮ ВОЛОГОСТІ
ПОРОШКОПОДІБНИХ
МАТЕРІАЛІВ***

Замовити цю книгу <https://press.vntu.edu.ua/index.php/vntu/catalog/book/42>

Видавництво Вінницького національного технічного університету
<https://press.vntu.edu.ua/index.php/vntu/catalog>

Міністерство освіти і науки України
Вінницький національний технічний університет

В. В. Богачук, Б. І. Мокін

***МЕТОДИ ТА ЗАСОБИ
ВИМІРЮВАЛЬНОГО
КОНТРОЛЮ ВОЛОГОСТІ
ПОРОШКОПОДІБНИХ МАТЕРІАЛІВ***

Монографія

УНІВЕРСУМ-Вінниця
2008

Замовити цю книгу <https://press.vntu.edu.ua/index.php/vntu/catalog/book/42>

Видавництво Вінницького національного технічного університету
<https://press.vntu.edu.ua/index.php/vntu/catalog>

Рецензенти:

В. Г. Петрук, доктор технічних наук, професор
В. М. Лисогор, доктор технічних наук, професор

Рекомендовано до видання Вченою радою Вінницького національного технічного університету Міністерства освіти і науки України (протокол № 8 від 24 січня 2008 р.)

Богачук В. В., Мокін Б. І.

Б 73 Методи та засоби вимірювального контролю вологості порошкоподібних матеріалів: Монографія. – Вінниця: УНІВЕРСУМ-Вінниця, 2008. – 141 с.

ISBN 978-966-641-245-7

В монографії розглянуто питання вимірювального контролю вологості порошкоподібних матеріалів. Особливу увагу приділено розробці методів та створення на їх основі засобів безпервного контролю вологості порошкоподібних матеріалів в умовах технологічного процесу їх виробництва. Розглянуто питання отримання основних метрологічних характеристик вимірювального перетворення вологості в інфрачервоній області та оцінювання невизначеності контролю запропонованими засобами.

Монографія розрахована на спеціалістів у галузі розробки засобів вимірювального контролю, аспірантів та студентів старших курсів відповідних спеціальностей.

УДК 681.7.08

ISBN 978-966-641-245-7

© В. Богачук, Б. Мокін, 2008

Замовити цю книгу <https://press.vntu.edu.ua/index.php/vntu/catalog/book/42>

Видавництво Вінницького національного технічного університету
<https://press.vntu.edu.ua/index.php/vntu/catalog>

ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ ТА СКОРОЧЕНЬ	5
ВСТУП.....	6
1. АНАЛІЗ ВІДОМИХ МЕТОДІВ ТА ЗАСОБІВ КОНТРОЛЮ ВОЛОГОСТІ ПОРОШКОПОДІБНИХ МАТЕРІАЛІВ.....	7
1.1. Особливості об'єкта контролю.....	7
1.2. Особливості вимірювального контролю вологості порошкоподібних матеріалів у статиці та динаміці.....	8
1.3. Класифікація методів контролю вологості.....	9
1.4. Порівняльний аналіз методів вимірювального контролю вологості.....	14
1.5. Аналіз оптичних засобів контролю вологості порошкоподібних матеріалів.....	28
1.5.1. Класифікація оптичних засобів контролю вологості.....	28
1.5.2. Порівняльна характеристика оптичних засобів контролю вологості.....	29
2. ДОСЛІДЖЕННЯ ОБ'ЄКТА КОНТРОЛЮ ТА АНАЛІЗ ПОСЛІДОВНОСТІ ВИМІРЮВАЛЬНИХ ПЕРЕТВОРЕНЬ.....	40
2.1. Загальна характеристика об'єкта контролю.....	40
2.2. Дослідження математичної моделі процесу конвективної сушки.....	41
2.3. Розробка математичної моделі вимірювального перетворювача.....	50
2.4. Дослідження основних статичних метрологічних характеристик вимірювального перетворювача	60
2.4.1. Виведення рівняння перетворення	60
2.4.2. Виведення аналітичних залежностей для основних статичних метрологічних характеристик.....	61
2.4.3. Виведення аналітичних залежностей для оцінювання мультиплікативної похибки	63
3. РОЗРОБКА МЕТОДІВ ТА ЗАСОБІВ КОНТРОЛЮ ВОЛОГОСТІ ПОРОШКОПОДІБНИХ МАТЕРІАЛІВ В ІНФРАЧЕРВОНІЙ ОБЛАСТІ.....	66
3.1. Метод безпосереднього контролю вологості.....	66
3.1.1. Суть методу безпосереднього контролю вологості	66
3.1.2. Структурна схема засобу та алгоритм вимірювального контролю вологості	71
3.2. Відносний метод контролю.....	78
3.2.1. Суть відносного методу контролю вологості	78
3.2.2. Структурна схема засобу та адаптивний алгоритм вимірювального контролю вологості	80

3.3. Оцінювання невизначеності вимірювань.....	87
3.3.1. Вимоги до оцінювання невизначеності вимірювань.....	87
3.3.2. Методика та алгоритм оцінювання стандартної невизначеності вимірювань.....	91
3.4. Оцінювання вірогідності контролю.....	95
4. ПРАКТИЧНА РЕАЛІЗАЦІЯ ТА ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	103
4.1. Методика проектування засобів вимірювального контролю.....	103
4.2. Практична реалізація схем електричних принципів.....	111
4.3. Метрологічні дослідження засобів вимірювального контролю..	116
4.4. Результати експериментальних досліджень.....	121
ВИСНОВКИ	128
ЛІТЕРАТУРА.....	131

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ ТА СКОРОЧЕНЬ

АЦП	Аналого-цифровий перетворювач
ВК	Вимірювальний канал
ДН	Джерело напруги живлення
ДОН	Джерело опорної напруги
ДС	Джерело світла
ЗВТ	Засіб вимірювальної техніки
ЗЗВТ	Зразковий засіб вимірювальної техніки
ЗС	Захисне скло
Л	Лінза
ЛВ	Лічильник вимірювань
ОК	Об'єкт контролю
ОПК	Опорний канал
П	Підсилювач
ПЗВТ	Повіряємий засіб вимірювальної техніки
СКВ	Середнє квадратичне відхилення
ФП	Фотоприймач
Ф	Світлофільтр
Д	Вірогідність контролю
Г	Генератор тактових імпульсів
НІ	Індикатор
MCU	Мікроконтролер
МХ	Мультиплексом
USB	Інтерфейс з персональним комп'ютером

Підвищення якості продукції, більш повне і раціональне використання сировини, інтенсифікація процесів її переробки відноситься до найбільш актуальних завдань, які стоять перед промисловістю України. Одна з основних причин зупинки промислових підприємств – це низька конкурентоспроможність продукції, що зумовлено перш за все високою її собівартістю та низькою якістю через застарілі технології та відсутність засобів достовірного контролю основних технологічних параметрів. В першу чергу це стосується підприємств харчової та переробної промисловості агропромислового комплексу. На сьогоднішній день значну частину діючих підприємств цих галузей складають молокопереробні заводи, заводи з виготовлення сухого молока. Але через згадані вище причини продукція їх є недостатньо якісною.

Параметрами, що характеризують якість сухого молока, є: масова частка вільного жиру в готовому продукті; відносна швидкість розчинення сухого молока; коефіцієнт пористості; середній розмір частинок; ступінь кристалізації лактози. Але основним технологічним параметром якості сухого молока є масова частка вологи в готовому продукті. В умовах виробництва цей параметр вимірюють у лабораторіях термогравіметричним способом, що вимагає значних затрат часу, а отже, робить неможливим оперативне керування технологічним процесом сушки.

Відомі засоби контролю вологості порошкоподібних матеріалів, до яких відносяться сухі молочні продукти, є громіздкими, працюють переважно в ручному режимі, мають низьку точність, достовірність та швидкодію.

З огляду на викладене вище, очевидною є необхідність розвитку методів вимірювального контролю вологості порошкоподібних матеріалів та створення на їх основі засобів безперервного контролю вологості в процесі їхнього виробництва, що і розглядається в монографії.

В основу монографії лягли матеріали наукових досліджень та їх практичної реалізації, отримані В.В. Богачуком під час роботи над кандидатською дисертацією, виконаною під керівництвом Б.І. Мокіна.

1. АНАЛІЗ ВІДОМИХ МЕТОДІВ ТА ЗАСОБІВ КОНТРОЛЮ ВОЛОГОСТІ ПОРОШКОПОДІБНИХ МАТЕРІАЛІВ

1.1. Особливості об'єкта контролю

Вода є складовою частиною багатьох органічних та неорганічних матеріалів. Матеріали, які утворюються в природних умовах та отримують в процесі виробництва, завжди містять у своєму складі ту чи іншу кількість води, яка залежить як від здатності матеріалу поглинати (сорбувати) або утримувати на поверхні (адсорбувати) воду, так і від умов, в яких це явище має місце.

Присутність води в матеріалах навіть у незначних кількостях суттєво впливає на їх фізико-хімічні і електричні властивості. Це пов'язано з особливими властивостями води, якій властива висока діелектрична проникність і здатність вибірково поглинати електромагнітне і оптичне випромінювання.

Вплив води на електричні та фізичні властивості матеріалів залежить також і від того, яким чином вода входить до структури матеріалу. Відомо три основні форми зв'язку води з твердими матеріалами: хімічна, фізико-хімічна і фізико-механічна [1 – 3].

В залежності від форми енергії зв'язку і виду матеріалу волога може бути у вигляді вільної води, капілярно зв'язана (фізико-механічний зв'язок), адсорбційно зв'язана (фізико-хімічний зв'язок) та хімічно зв'язана.

Найсильніше утримується хімічно зв'язана вода (гідратна або кристалогідратна). Адсорбційна вода утворюється в результаті впливу молекулярного силового поля. На поверхні речовини під дією молекулярного силового поля утворюється молекулярний шар, який найтісніше пов'язаний з поверхнею адсорбента. Капілярно-зв'язана вода утворюється в мікро капілярах поглинанням води з вологого повітря або безпосередньою взаємодією речовини з водою. Причиною виникнення такої форми зв'язку є капілярний тиск, обумовлений кривизною поверхні рідини в капілярах. Така вода отримала назву гігроскопічної. Маса гігроскопічної води, виражена у відсотках до загальної маси матеріалу, називається вологістю.

Наявність декількох форм зв'язку води з речовиною ускладнює процес кількісного контролю вологості; додаткові труднощі викликає і те, що в ряді процесів одна форма зв'язку поступово переходить в іншу. Різні методи вимірювання вологості по-різному реагують на форми зв'язку вологи [2].

Номенклатура порошкоподібних або, що одне і те ж, сипучих матеріалів, які є об'єктом контролю вологості, надзвичайно різномані-

тна як за хімічним складом, так і за електрофізичними властивостями. Часто один і той же матеріал у процесі його переробки, пов'язаної на останніх етапах із зневоднюванням, переходить з одного класу в інший, або з однієї межі класу на іншу [4].

В системі суха речовина–вода мають місце складні взаємодії. Така система зовсім не являє собою суміш сухого концентрату і води, а піддається при введенні вологи складному комплексу змін, що є наслідками як хімічних реакцій, так і процесів формування гідратних молекул, фізичні властивості яких відрізняються від властивостей сухої речовини, так як і від властивостей води [4, 5]. Отже, об'єктами вологометрії сипучих матеріалів є капілярнопористі тверді тіла, неоднорідні за складом та властивостями, заповнення вологою яких обумовлюється декількома механізмами і приводить до утворення в них макроскопічних областей з різними видами зв'язку води з речовиною, а отже і з різною її кількістю [6 – 10]. Нерівномірність розподілу вологи по всьому об'єму матеріалу викликають також такі фактори, як наявність дефектів різних типів, широкий набір розмірів пор – від макропор через мезопори і мікропори до субатомних “пор” [9].

Сухому молоку, як об'єкту контролю, властиві всі перераховані вище особливості. Слід лише додати, що основна складова частина органічних речовин молока знаходиться в колоїдному стані. Вода входить до складу цих колоїдних систем і зв'язана з ними різним чином: від вільного стану до хімічно зв'язаного. Основні компоненти молока – казеїн, альбумін, жир, молочний цукор, солі – зв'язують різну кількість води [11]. Це також викликає нерівномірність розподілу вологи в об'ємі об'єкта контролю.

1.2. Особливості вимірювального контролю вологості порошкоподібних матеріалів у статиці та динаміці

Властивостями сипучих матеріалів, як об'єктів контролю вологості, пояснюється складність процесу вимірювання вологості та своєрідність підходів до нього. Їх особливості слід враховувати при виборі та розробці як методу, так і засобу контролю вологості експрес-методами (у статиці) та у потоці (у динаміці).

Серед особливостей контролю вологості сипучих матеріалів у статиці слід перш за все виділити те, що для визначення вмісту води в матеріалі відбирають певну кількість проб цього матеріалу і вимірюють частку води саме в цих пробах. При цьому на точність результатів вимірювань окрім похибок, властивих безпосередньо методу, впливає ще один фактор – неоднорідність матеріалу як по розподілу вологи в усьому об'ємі, так і за складом та теплофізичними характеристиками.

Впливом цього фактора неможливо керувати, його можна лише врахувати. Про вміст вологи в матеріалі судять з середнього значення вмісту води в пробах. В залежності від методу та засобу, яким вимірюють вологість проби, матеріал піддається подрібненню або ущільненню, або і тому, й іншому, що приводить до виникнення додаткових похибок результатів вимірювань.

Процес відбору проб, проведення аналізу та обробка результатів вимагають тривалого часу, що робить неможливим оперативний контроль вологості.

Контроль вологості сипучих матеріалів значно ускладнюється обмеженістю стандартних зразків складу матеріалу, а також відсутністю такого параметра як “одиниця вологості” [9], за допомогою якого можна було б судити про дійсні значення вологості речовини.

Якою високою б не була точність дискретних (одиничних) вимірювань, забезпечити якісне управління технологічними процесами, пов’язаними зі зміною вологості в матеріалі, в реальних виробничих умовах неможливо, оскільки інформаційна ємність одиниці дискретного вимірювання (проби) мала в порівнянні з об’ємом матеріалу, який піддається обробці за час вимірювання [4]. Саме тому для автоматизованих систем керування процесами постає завдання розробки методів та засобів контролю вологості в потоці.

Особливостями вимірювання вологості матеріалів у потоці є безперервність контролю, безконтактність та неруйнівний вплив на об’єкт вимірювання, велика інформаційна ємність методу, що пояснюється відсутністю відбору проб матеріалу. Оскільки безпосередньому контролю вологості піддається весь об’єм (потік) матеріалу, вплив такого фактора, як неоднорідність складу, властивостей та розподілу вологи в ньому значно зменшується. При вимірюванні вологості в потоці чутливість методу до коливань швидкості руху матеріалу, товщини шару, температури повинна бути мінімальна.

1.3. Класифікація методів вимірювання вологості

Відомо багато методів вимірювання вологості [1 – 3]. Всі методи вимірювання вологості поділяють на прямі, коли матеріал ділять на суху речовину і вологу, і непрямі, коли вимірюють зміну фізичних величин або властивостей об’єкта контролю, функціонально пов’язаних з вологістю матеріалу. Непрямі методи вимагають попереднього калібрування з метою встановлення залежності між вологістю матеріалу та інформативним параметром.

При використанні прямих методів безпосередньо вимірюваними величинами є маса води в пробі (навісі) m_w і маса проби m . За резуль-

татами вимірювань m_g і m розраховують масову частку води в речовині [9]:

$$W = \frac{m_g}{m} \times 100\%, \quad (1.1)$$

або інші відносні величини, такі як об'ємна або молярна частка води, що використовується в якості характеристики “вологісного” стану твердих речовин.

За способом виділення води з речовини прямі методи, які використовують у виробництві та в умовах лабораторії, діляться на метод висушування (ваговий або гравіметричний), дистиляційний, екстракційний та хімічний.

Всі перераховані вище прямі методи визначення вологості вимагають тривалого часу вимірювання і достатньо складних технічних засобів, але при цьому їм властива досить мала похибка вимірювання, що обумовлює їх використання в якості лабораторних і зразкових засобів контролю [2, 12 – 14].

Систематизацію прямих методів вимірювання вологості показано на рис. 1.1.

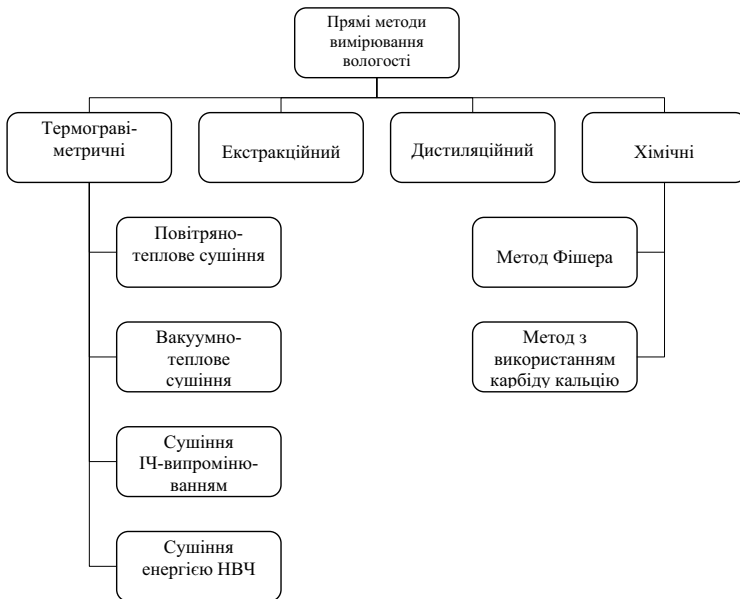


Рис. 1.1. Систематизація прямих методів вимірювання вологості

Друга група – непрямі методи вимірювання вологості – об'єднує цілий ряд різноманітних методів, в яких оцінювання вологості здійснюється за оцінюванням зміни властивостей об'єкта контролю.

Слід зазначити, що в даний час остаточно не розроблено класифікацію методів вимірювання вологості. Так, наприклад, у класифікаціях, що наведені в [1 – 3, 14 – 17] є істотні розходження. У зв'язку з цим, а також з огляду на те, що мова йде лише про методи вимірювання вологості твердих та сипучих матеріалів, пропонується до непрямих методів віднести методи, перераховані нижче.

Найбільш поширеними серед непрямих методів вимірювання вологості є електричні методи. В їх основу закладено пряме вимірювання електричних параметрів матеріалу, які залежать від вмісту в ньому вологи. Вимірювання вологості електричними методами можна вважати миттєвою процедурою, що дає можливість з їх допомогою автоматизувати процеси контролю вологості, а також створити системи автоматичного управління за вологістю для великої кількості технологічних процесів. Електричні методи вимірювання вологості поділяють на кондуктометричні, діелькометричні та надвисокочастотні (НВЧ) [1 – 3, 17, 18]. Як самостійний серед них, автори виділяють також ємнісний метод.

Кондуктометричні методи базуються на залежності питомої провідності (питомого опору) матеріалу, вимірної на постійному струмі або струмі промислової частоти, від вмісту вологи. Діапазон вимірювання визначається областю гігроскопічності матеріалів, які не проводять струм у сухому стані. Метод не застосовується для вимірювання вологовмісту дуже сухих та дуже вологих матеріалів.

Значне розповсюдження отримали діелькометричні методи вимірювання вологості, які полягають у вимірюванні діелектричної проникності і тангенса кута діелектричних втрат матеріалів і речовин у широкому діапазоні частот – від звукових до НВЧ [2]. На відміну від кондуктометричних, ці методи вимагають значно більших апаратних затрат, але вони дозволяють вимірювати вологість дуже сухих та дуже вологих матеріалів, забезпечують індикацію рідини в ізольованих ззовні порожнинах та видають сигнал, пропорційний усередненому вологовмісту, в той час як кондуктометричний метод забезпечує індикацію тільки місцевих включень вологи. На результат вимірювання вологості діелькометричним методом суттєво впливає щільність матеріалу.

Ємнісні методи вимірювання вологості засновані на значній різниці між діелектричною проникністю води ($\xi_w \approx 80$) та інших речовин ($\xi_r \approx 2-5$) [4, 19], що і дозволяє судити про вміст вільної води зі значення діелектричної проникності зволоженої речовини. Діелектрична

проникність зволоженої речовини вимірюється через ємність конденсаторного сенсора, заповненого речовиною, що контролюється.

За використанням в промисловості високочастотна вологометрія, яка працює в діапазоні близько $5 \cdot 10^3 - 5 \cdot 10^7$ Гц, може конкурувати з НВЧ-методом, частота поля хвиль якого знаходиться в діапазоні до 30 Гц [17, 20]. Перевагами НВЧ-методів є: можливість безконтактного вимірювання, висока чутливість і точність.

До класифікації НВЧ-методів різні автори підходять по-різному. Так, в роботі [21] їх розділяють на дві групи методів: засновані на вимірюванні діелектричної проникності і тангенса кута діелектричних втрат в залежності від вологи, і методи, що базуються на дослідженні оптичних характеристик вологих матеріалів – коефіцієнта поглинання та відбиття. В роботі [1] автор класифікує НВЧ-методи таким чином: методи вільного простору (з використанням прохідної чи відбитої хвилі), резонаторні і хвилевідні методи. Тут також виділено методи, які не отримали широкого поширення у вологометрії: зондові, поверхневої хвилі, методи, засновані на повороті площини поляризації.

В першій з наведених класифікацій перераховано залежні від вологості параметри матеріалу, які змінюються на високій частоті, в другій наведено способи локалізації електромагнітного поля в матеріалі, що контролюється. Але ні одна з них не дозволяє провести порівняльний аналіз і вибір методу з врахуванням особливостей матеріалу та умов вимірювання.

Більш повну та обґрунтовану класифікацію НВЧ-методів дано в роботі [21]. Тут класифіковано методи, виходячи з результатів взаємодії магнітного поля з вологим матеріалом. Оскільки на цей результат може впливати не лише вологість матеріалу, а й інші неінформативні параметри (товщина, поверхнева вологість, діапазон вимірювання вологості та ін.), то при такій класифікації потенціально з'явиться можливість врахування цих впливових величин. В основу побудови покладено три класифікаційні ознаки. Найбільш загальним результатом взаємодії електромагнітного поля НВЧ з вологим матеріалом є виникнення відбитої від матеріалу хвилі та хвилі, що пройшла через нього. Розподіл на методи, що використовують відбиту чи прохідну хвилі, і є першою класифікаційною ознакою.

Вологість матеріалу, від якої залежать його діелектричні характеристики, впливає на параметри поля, що з ним взаємодіє. Розподіл на методи по параметру електромагнітної хвилі, який вимірюється – друга класифікаційна ознака. Отже, НВЧ-методи, що досліджують відбиту чи прохідну хвилю, в свою чергу можуть бути амплітудними, фазовими або частотними. Можливі також комбінації цих методів.

В залежності від модифікації елемента, що використовується для введення матеріалу в НВЧ-поле, перераховані вище методи можуть бути: хвилевідними, резонаторними, зондовими та методами вимірювання у вільному просторі [17, 22].

Оптичні (оптометричні) методи полягають у дослідженні залежності оптичних властивостей матеріалів від їх вологовмісту. Для твердих матеріалів використовуються інфрачервона і видима області спектра [23]. Оптичні методи отримали широке використання, оскільки їх характерною особливістю є безконтактність вимірювань, можливість інтегральної оцінки вологості у великих об'ємах (велика інформаційна ємність методу) [4]. Останнє є важливою перевагою, оскільки в реальних виробничих умовах завжди спостерігається нерівномірний розподіл вологи в об'ємі. Найбільш поширеним серед оптичних методів є інфрачервоний метод.

Радіаційні (радіометричні) методи базуються в основному на сучасних способах дослідження складу, структури і властивостей речовини, що використовують взаємодію різних видів електромагнітних коливань і ядерних випромінювань з об'єктом контролю. В радіометричних (ядерно-фізичних) методах використовуються різні види ядерних випромінювань (гама-промені, бета-частки, швидкі нейтрони) і взаємодій (поглинання і розсіяння гама-, і бета-випромінювань, пружне розсіяння швидких нейтронів). Так, наприклад, в основі гамаметодів лежить послаблення інтенсивності гама-випромінювань вологою матеріалу в результаті розсіювання і поглинання атомами речовини. Найбільш поширеними серед радіаційних методів є метод ядерного магнітного резонансу (ЯМР), рентгенівський та нейтронний метод [2].

В основі ЯМР-методу лежить резонансне поглинання радіочастотної енергії ядрами атомів водню (протонами) води при введенні вологого матеріалу в постійне магнітне поле. Явище ЯМР пов'язано з квантовими переходами між енергетичними рівнями атомних ядер, які виникають у результаті взаємодії ядерного магнітного моменту з зовнішнім магнітним полем.

Рентгенівський метод характеризується високою чутливістю через сильне поглинання вологою рентгенівського випромінювання. Метод використовується для дослідження розподілу вологи в об'ємі зразка в процесі сушки або зволоження. Однак рентгенівський метод заборонено для вимірювання вологості продуктів харчової промисловості і сільського господарства.

Фізичною основою нейтронного методу вимірювання вологості є явище гальмування швидких нейтронів при їх пружному зіткненні з атомами речовини. Швидкі нейтрони втрачають частину своєї енергії і

перетворюються у повільні або теплові зі значно меншою енергією [2]. При зіткненні з легкими атомами водню, втрата енергії може бути досить значною [17]. Отже, нейтронні промені, які гальмуються атомами водню, без перешкоджень проходять через елементи з великим атомним номером. Це явище протягом багатьох років використовується для визначення вологовмісту в великих накопиченнях матеріалів, переважно піску, будівельних матеріалів, шлаку, ґрунту і т.і. В якості джерела нейтронів використовують ізотопні випромінювачі на базі берилію.

Слід зазначити, що нейтронний метод, як і рентгенівський, заборонено використовувати для вимірювання вологості продуктів харчової промисловості.

Механічні методи базуються на вимірюванні механічних характеристик матеріалів, які змінюються зі зміною його вологості.

В основу теплофізичних методів покладена залежність від вологості матеріалу його теплофізичних якостей – коефіцієнта теплопровідності, питомої та об'ємної теплоємності, енергії фазового переходу [17]. Оскільки перераховані властивості суттєво залежать від гранулометричного складу і пористості матеріалу, що досліджується, в більшості випадків необхідне градування вологоміра для конкретного матеріалу. Але за допомогою теплофізичних методів можна досліджувати динаміку зміни вологи для матеріалу.

Акустичні методи базуються на залежності акустичних властивостей матеріалу від вмісту в ньому вологи. Метод полягає у вимірюванні значення поперечної і поздовжньої швидкості ультразвукової хвилі.

Перераховані вище непрямі методи вимірювання вологості та їх класифікацію наведено на рис. 1.2.

1.4. Порівняльний аналіз методів вимірювання вологості

Порівняємо особливості перерахованих методів і здійснимо аналіз недоліків та переваг кожного з них з точки зору можливості їх застосування для контролю вологості сипучих матеріалів, а саме сухого молока.

Серед прямих методів оцінки вологості різноманітних матеріалів на практиці основними залишаються термогравіметричні методи, що базуються на виділенні води з речовини та вимірюванні її маси до та після сушки. Найбільш поширеним є метод висушування, який полягає в повітряно-тепловому сушінні зразка матеріалу до досягнення рівноваги з навколишнім середовищем. Ця рівновага умовно вважається рівнозначною повному видаленню вологи.

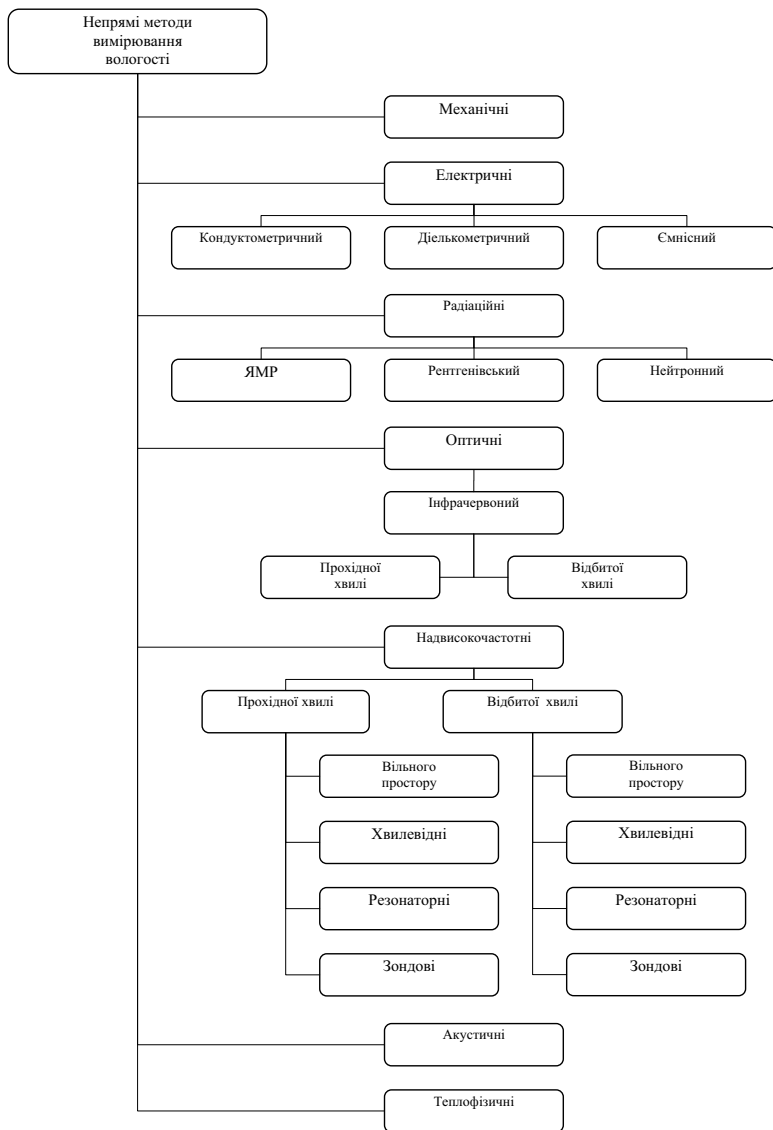


Рис. 1.2. Класифікація непрямих методів вимірювання вологості матеріалів

Для багатьох матеріалів, в тому числі сухого молока, цей метод прийнято в якості стандарту [25, 26].

Сутність методу полягає у визначенні масової частки вологи матеріалу шляхом вимірювання зменшення маси навіски матеріалу, висушеного до постійної ваги або протягом певного проміжку часу. На практиці використовують висушування до постійної ваги. Сушіння закінчують, якщо в результаті двох послідовних зважувань зразка отримано однакові або близькі значення. Оскільки швидкість виділення вологи поступово зменшується, то вважається, що при цьому видаляється вся волога, що містилась у зразку. Тривалість визначення вологості таким методом складає від декількох годин до доби і більше. При цьому отримуються результати вимірювань, пов'язані з винесенням проби на повітря для зважування з неминучим поглинанням вологи з навколишнього повітря.

Для контролю вологості сухого молока в лабораторіях прийнято використовувати висушування проби в сушильній шафі при температурі $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ протягом 2,5 години або при температурі $(125 \pm 2)^\circ\text{C}$ протягом 20–25 хвилин (прискорений метод). При цьому абсолютна похибка вимірювань становить $\pm 0,5\text{--}0,8\%$ [25].

В основному термогравіметричний метод призначений для вимірювання вологості одиничних проб і є непридатним у класичному варіанті для оперативного, безперервного, а тим паче динамічного контролю вологості, головним чином через велику тривалість сушки. Для підвищення її швидкості процес слід вести при якомога більш високих температурах, але їх границя, як правило, обмежена інерційними властивостями приладів, які використовуються для сушки, або складнощами визначення початку термічного розкладу речовини. Існують способи скорочення тривалості сушки. Наприклад, нагрівання проби матеріалу інфрачервоним (ІЧ) випромінюванням або енергією надвисокої частоти (НВЧ), а також сушка під вакуумом [27, 28] дозволяють запобігти утворенню поверхневої водонепроникної плівки, яка перешкоджає подальшому видаленню вологи.

Незважаючи на високу точність зважування, яка може складати частки міліграмів, похибки вимірювання вологості термогравіметричними методами можуть бути значними. Це пояснюється тим, що не завжди можливе повне випарювання вологи при сушці проби, в якій може міститись так звана “зв'язана вода”, що важко видаляється з матеріалу. Похибки можуть бути викликані також втратами вологи під час попереднього подрібнення проби перед сушкою. Ці втрати особливо значні, якщо при подрібненні зразок нагрівають.

Термогравіметричному методу вимірювання вологості властиві значні похибки, які залежать від інструментальної похибки приладів,

що використовуються для сушки і техніки висушування [29-31]. Так, наприклад, результати вимірювання вологості залежні від тривалості сушки, від температури і атмосферного тиску, при яких протікало сушіння. Температура має особливо велике значення при використанні прискорених методів, коли зниження температури значно впливає на кількість видаленої вологи. На результати висушування вплив мають також форма і розміри блока і сушильної шафи, розподіл в ній температурного поля, швидкість руху повітря, можливість перенесення дрібних частинок зразка та ін.

Методу висушування властивий ще один суттєвий недолік, що обмежує його застосування для деяких матеріалів: при нагріванні можливий термічний розпад одних сполучень або окислення інших.

Аналіз науково-технічної літератури та патентний пошук вказують на поширення використання при вимірюваннях вологості термогравіметричними методами безконтактного нагріву проб енергією НВЧ та ІЧ випромінювання [31]. Основними особливостями НВЧ нагріву є безінерційність, майже стовідсоткове перетворення НВЧ енергії в тепло, що виділяється в речовині, висока швидкість та значна глибина нагріву, можливість підведення НВЧ енергії до окремих ділянок матеріалу. Якісна відмінність ІЧ нагріву від НВЧ полягає в механізмі перетворення енергії випромінювання в тепло. ІЧ випромінювання проникає в речовину на меншу глибину, ніж НВЧ, але зберігає основну властивість безконтактного нагріву – високу швидкість.

Основні переваги НВЧ та ІЧ термогравіметричних методів полягають в тому, що вони дозволяють проводити експресні вимірювання вологості (в середньому час сушки становить 10–20 хв.) [32], оперативно змінювати параметри теплопідведення в процесі вимірювання, в значній мірі автоматизувати вимірювання, чим практично виключити вплив на результати вимірювань суб'єктивної похибки. Недоліками цих методів є необхідність вибору режиму нагрівання для кожної конкретної речовини (для запобігання виникненню хімічної реакції горіння). Принциповим недоліком НВЧ нагріву є менша, ніж в інших типів нагріву, здатність до видалення малих кількостей води з речовини, оскільки в цьому випадку знижується здатність речовини поглинати НВЧ енергію.

Таким чином, висушування є чисто емпіричним методом, яким визначається не істинне значення вологості, а залежне від умов сушки. Вимірювання вологості, виконані в неоднакових умовах, дають результати, які важко зіставити.

Хімічні методи вимірювання вологості матеріалів засновані на використанні реакції взаємодії проби вологого матеріалу з різними хімікаліями. Зразок обробляють реактивом, який взаємодіє лише з “ві-

льною” водою, що міститься в матеріалі, при цьому повинні строго витримуватись їх кількісні співвідношення. Кількість води визначають за кількістю рідкого або газоподібного продукту, що отримується в результаті реакції.

На практиці порівняно часто для визначення вологості використовують карбід кальцію. Наприклад, для вимірювання вологості піску, його пробу змішують в герметичній посудині разом з карбідом кальцію. Мірою вологості в цьому випадку є тиск ацетилену, що утворюється в результаті реакції. Абсолютна похибка вимірювань складає близько $\pm 1\%$ [2].

В нинішній час в багатьох лабораторіях малі вмісти вологи вимірюють методом газової хроматографії. Методика аналізу передбачає здійснення реакції взаємодії наявної в пробі води з карбідом кальцію та наступне хроматографічне визначення кількості утвореного ацетилену. Чутливість цього методу досить висока.

Для точних вимірювань малих значень вологості використовують метод титрування по Карлу Фішеру, який характеризується універсальністю та високою чутливістю. В його основу покладена реакція спеціального розчину (реактив Фішера) з водою, наявною в пробі матеріалу. Метод дозволяє знайти слідові концентрації до 0,1 мг в екстракті розчинника, яким попередньо обробляється проба. Цей метод не застосовується для матеріалів, які взаємодіють з реактивами та утвореними в результаті реакції хімічними з'єднаннями.

Описані вище хімічні методи вимірювання вологості використовують в основному для лабораторних вимірювань і для перевірки та градування промислових вологомірів.

Екстракційні методи вимірювання вологості використовуються на практиці як у заводських, так і в науково-дослідних лабораторіях. Вони засновані на вилученні вологи з матеріалу за допомогою вологопоглинаючої речовини (екстрагента). В якості екстрагентів використовують водопоглинаючі рідини, переважно спирти та діоксани [2]. Після екстрагування (виділення із зразка і поглинання екстрагентом) вологи аналізують характеристики отриманого екстракту, залежні від кількості вологи: діелектричну проникність, густину, температуру кипіння і т.п.

На результат вимірювання практично не впливає наявність у вологій речовині, яка досліджується, змінної кількості хімічних домішок, щільності матеріалу, його температури, а результат аналізу не змінюється в залежності від фазового складу води, форми зв'язку вологи з матеріалом. Ці особливості екстракційних методів зумовлені тим, що при переході молекулярної води в допоміжне середовище (ек-

стракт) вся багаточисельність форм і видів її зв'язку з речовиною замінюється однією формою – зв'язком води з екстрагентом.

При визначенні вмісту вологи передбачається, що вся волога з матеріалу перейшла в екстракт. Знаючи початкову вагу вологого матеріалу, кількість екстрагента і вміст вологи в ньому, можна з допомогою розрахунку визначити початковий вміст вологи в матеріалі, що аналізується.

Дистиляційний метод вимірювання вологості полягає в нагріванні зразка, який досліджується, в посудині з певною рідиною, яка змішується з водою (бензин, мінеральні масла та ін.). Верхня межа вимірювання вмісту вологи 40 %, час вимірювання біля 40 хвилин, абсолютна похибка 1 %. [2]. Пари води, які виділяються при нагріванні і пари рідини піддаються перегонці в холодильнику, конденсована в ньому вода стікає в посудину, в якій вимірюється її об'єм (дистиляційно-волюмометричний метод) або маса (дистиляційно-гравіметричний метод). Реалізація дистиляційних методів вимагає використання складніших приладів, ніж, скажімо, гравіметричний метод. Ця обставина і пов'язані з нею додаткові джерела похибок у значній мірі обмежують використання дистиляційного методу, хоча в ряді випадків він є доцільним.

Відомо, що вміст вологи в речовині чи матеріалі визначає його фізичні властивості – теплові, оптичні, механічні, електрофізичні та ін. [1, 33]. Функціональний зв'язок цих властивостей з вмістом вологи є основою побудови різноманітних типів вологомірів, які працюють за принципом непрямого вимірювання вологості матеріалів та речовин. Як відзначалось вище, найбільш поширеними серед непрямих методів є електричні.

В кондуктометричному методі [33, 34] оцінка вологовмісту здійснюється за результатами вимірювання електричного опору (об'ємного або поверхневого). Вологомісткі матеріали, будучи в сухому вигляді діелектриками, в результаті зволоження стають напівпровідниками. Питомий опір змінюється в залежності від вологості в досить широкому діапазоні. Неоднорідність діелектрика і наявність у ньому вологи впливають не лише на значення питомої провідності, але й на якісні особливості електропровідності і на її залежність від напруженості електричного поля та температури.

Електропровідність твердого матеріалу визначається електролітами, розчиненими у воді. Ці електроліти містяться, головним чином, у самому матеріалі. При цьому характер залежності питомої електропровідності матеріалу від вмісту вологи визначається розподілом вологи в ньому, який в свою чергу залежить від пористої структури матеріалу, форми пор, їх розміру і характеру розподілу.

Кондуктометричний метод доцільно використовувати для вимірювання вологості в діапазоні від 2 до 30 % [2, 33]. При вологості матеріалу більше 30 % метод має надзвичайно високу чутливість через степеневу залежність опору від вологості. В діапазоні до 2 % вимірювання вологості практично неможливе, оскільки опір матеріалу стає більшим вхідних опорів вимірювальних пристроїв. Головною перевагою цього методу є простота схеми та конструкції засобів вимірювання, які дозволяють здійснювати контроль вологості безперервно та майже безінерційно. Але вплив на результат вимірювання хімічного та гранулометричного складу об'єкта контролю, характеру нерівномірності розподілу вологи в зразку, наявності поверхневої вологи, температури, щільності, а також вузький діапазон вимірювання обмежують область застосування цього методу.

Патентний пошук та аналіз літературних джерел [35 – 41] показав, що досить поширеним є діелькометричний метод, заснований на використанні залежності деяких діелектричних характеристик матеріалів від його вологості. Сутність методу полягає у вимірюванні діелектричної проникності і тангенса кута діелектричних втрат в широкому діапазоні частот – від звукових до НВЧ [2].

Відомо, що будь-яка речовина складається з позитивних атомних ядер, оточених негативними електронними сферами. Під дією зовнішнього електричного поля електронні шари зміщуються відносно ядер. При цьому у атома виникає наведений дипольний момент і електронна поляризація речовини, в результаті якої збільшується його провідність або діелектрична провідність.

Велика кількість твердих та сипучих матеріалів у сухому вигляді мають дуже низьку діелектричну проникність (біля 1-10), а діелектрична проникність води майже на два порядки вища. Завдяки цьому, навіть невеликі зміни вмісту води в речовині викликають суттєві зміни його діелектричної проникності та діелектричних втрат [1, 24]. Цим пояснюється висока чутливість діелькометричного методу.

Діелектричну проникність вимірюють опосередковано через електричну ємність сенсора, заповненого речовиною, що досліджується. Саме тому у літературі нерідко називають цей метод ємнісним [3, 4, 33, 42, 43].

Перевагами діелькометричного (ємнісного) методу порівняно з кондуктометричним є: менша чутливість до щільності та температури матеріалу, висока швидкодія, точність (похибка біля 0,5 %) та діапазон вимірювання [2, 44, 45]. При використанні цього методу на температурні, вологісні та частотні характеристики матеріалу вплив має щільність матеріалу та його гранулометричний склад. Для усунення цього недоліку використовують примусове ущільнення матеріалу

Наукове видання

Володимир Васильович Богачук
Борис Іванович Мокін

**МЕТОДИ ТА ЗАСОБИ
ВИМІРЮВАЛЬНОГО КОНТРОЛЮ ВОЛОГОСТІ
ПОРОШКОПОДІБНИХ МАТЕРІАЛІВ**

Монографія

Оригінал-макет підготовлено В. Богачуком

Редактор С. Малішевська

Видавництво ВНТУ «УНІВЕРСУМ-Вінниця»
Свідоцтво Держкомінформу України
серія ДК № 746 від 25.12.2001 р.
21021, м. Вінниця, Хмельницьке шосе, 95,
ВНТУ, ГНК, к. 114
Тел.: (0432) 59-85-32

Підписано до друку 29.04.2008р.
Формат 29,7x42¼ Папір офсетний
Гарнітура Times New Roman
Друк різнографічний. Ум. друк. арк. 8,14
Наклад 100 прим. Зам. № 2008-055

Віддруковано в комп'ютерному інформаційно-видавничому центрі
Вінницького національного технічного університету
Свідоцтво Держкомінформу України
серія ДК № 746 від 25.12.2001 р.
21021, м. Вінниця, Хмельницьке шосе, 95,
ВНТУ, ГНК, к. 114
Тел.: (0432) 59-81-59

Замовити цю книгу <https://press.vntu.edu.ua/index.php/vntu/catalog/book/42>

Видавництво Вінницького національного технічного університету
<https://press.vntu.edu.ua/index.php/vntu/catalog>