

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

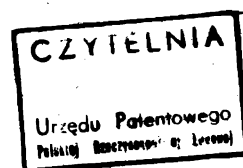
Zgłoszono: 22.11.79 (P. 219858)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 22.09.80

Opis patentowy opublikowano: 30.09.1985

126533



Int. Cl.¹

G01N 27/12

Twórcy wynalazku: Mieczysław Boruch, Tadeusz Pierzgalski, Andrzej Pałka, Hilary Bielarz, Halina Skwara

Uprawniony z patentu tymczasowego: Centralne Laboratorium Przemysłu Ziemniaczanego, Poznań (Polska)

Sposób seryjnego oznaczania wilgotności skrobi, szczególnie ziemniaczanej i urządzenie do seryjnego oznaczania wilgotności skrobi, szczególnie ziemniaczanej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób seryjnego oznaczania wilgotności skrobi, szczególnie ziemniaczanej i urządzenie do seryjnego oznaczania wilgotności skrobi, szczególnie ziemniaczanej metodą

konduktancyjną polegającą na pomiarze przewodnictwa elektrycznego sprasowanej próbki skrobi. Znany i stosowany w przemyśle sposób oznaczania wilgotności skrobi ziemniaczanej według PN-69/A-74706 pt. „Metody badań krochmali” polega na wagowo-suszarkowym dokonaniu pomiaru przy suszeniu próbki skrobi w ciągu 1,5 godziny w temperaturze 130°C. Wykonanie takiego oznaczenia wraz z przygotowaniem próbki trwa około 2—3 godzin, co przy ciągłym procesie produkcji skrobi ziemniaczanej jest oznaczeniem zbyt długotrwałym i stwarzającym trudności w bieżącym regulowaniu przebiegu procesu suszenia. Ostatnim bowiem etapem procesu technologicznego otrzymywania mączki ziemniaczanej jest proces realizowany powszechnie za pomocą suszarni pneumatycznej. Suszenie za pomocą takich nowoczesnych urządzeń jest procesem ciągłym i wysoko wydajnym. Jego celem jest zapewnienie uzyskiwania równomiernie wysuszonej mączki bez zbryleń i o stałej wilgotności wynoszącej 20% $\pm$ 0,5%.

Rygorystyczne wymagania odnoszące się do zachowania stałej i dokładnie wynoszącej 20% wilgotności podyktowane są nie tylko koniecznością formalnego przestrzegania wymogów normy, lecz jest to ważny element gospodarki zakładu. Każdy

2

bowiem ułamek procentu suchej substancji ponad normowaną wartość oznacza dla producenta wielotonowe straty w okresie kampanii. Wszystko to oznacza konieczność bardzo precyzyjnego i szybkiego określenia wilgotności produktu aktualnie opuszczającego suszarnię i natychmiastowej interwencji w wypadku odchylenia od normy.

Znane dotychczas i często bardzo precyzyjne metody szybkiego oznaczania wilgotności materiałów sypkich polegają na pomiarze wielkości elektrycznych próbek takich jak: konduktancja, przenikalność elektryczna względnie tłumienie fal wysokiej częstotliwości. Metoda pomiaru wilgotności oparta na określaniu konduktancji jest jedną z najstarszych i najszerzej stosowanych metod elektrycznych. Wyniki pomiarów uzyskane tą metodą zależą nie tylko od wilgotności materiału, lecz od wielu innych czynników, jak kształt i wzajemne położenie względem siebie elektrod czujnika, czas działania napięcia (prądu) pomiarowego przed dokonaniem odczytu, napięcia pomiarowego, temperatury materiału, składu chemicznego materiału i sposobu rozłożenia wilgotności w materiale.

Pomiar konduktancji dokonywany omomierzem realizowany może być w układzie mostkowym lub przez pomiar spadku napięcia na rezystancji mierzonej Rx. W tym przypadku opornik Rx znajduje się w układzie elektrycznym złożonym z szeregowo połączonych — wzorcowego opornika R, opornika Rx oraz źródła napięcia U.

$$U_x = \frac{U}{1 + \frac{R}{R_x}}$$

Napięcie U_x mierzy się woltomierzem elektronicznym. Przy założeniu $U = \text{const}$, woltomierz można wyskalować w jednostkach wilgotności.

W celu zapewnienia powtarzalności wyników badany materiał w czujniku wilgotnościomierza podlega prasowaniu pod stałym ciśnieniem.

Metody te nie nadają się jednak do pomiarów wilgotności skrobi zwłaszcza ziemniaczanej, w pobliżu zawartości 20% wody, bez uprzedniego odważania próbki. W skrobi ziemniaczanej w przedziale wilgotności 19–21% zachodzi bowiem nie spotykane przy innych rodzajach materiałów sypkich pęcznienie ziarn skrobi, co wywołuje zmianę objętości próbki przy stałej masie. Intensywne pęcznienie powoduje w najważniejszym dla skrobi przedziale wilgotności niemonotoniczny przebieg funkcji zależności pojemności elektrycznej od wilgotności, co powoduje zupełną zawodność znanych metod elektrycznych do szybkiego oznaczania wilgotności skrobi w pobliżu wartości 20% wody.

Sposób seryjnego oznaczania wilgotności skrobi szczególnie ziemniaczanej według wynalazku polega na tym, że przed właściwym pomiarem wilgotności dokonuje się automatycznej kompensacji zmian temperatury i konduktometrycznej kompensacji zawartości elektrolitów oraz wartości pH za pomocą sondy kompensacyjnej. Badaną próbkę skrobi poddaje się sprasowaniu, przy zastosowaniu stałego ciśnienia odpowiedniego do badanego zakresu wilgotności próbki.

Konduktometryczną kompensację zawartości elektrolitów i wartości pH prowadzi się w mleczku skrobiowym sporządzonym z tej samej próbki skrobi, w której oznaczamy wilgotność. Pomiaru wilgotności dokonuje się w dwóch zakresach, w niskim o zawartości 16–25% wody i wysokim o zawartości 26–50% wody, przy pomocy dwóch różnych elektrod pomiarowych sondy pomiarowej. W sposobie według wynalazku stosuje się kompensację temperatury w zakresie 15–35°C, wartości pH w zakresie 5–7 i zawartości elektrolitów odpowiadającej 0,00–0,5% NaCl.

Przy pomiarze wilgotności skrobi w niskim zakresie stosuje się stały nacisk prasy na badaną próbkę, umieszczoną w sondzie pomiarowej, wynoszący 600 kPa, a w wysokim zakresie wilgotności wywierane ciśnienie wynosi 150 kPa.

Znany sposób oznaczania zawartości wody w skrobi, szczególnie ziemniaczanej metodą wagowo-suszarkową prowadzony jest przy użyciu wagi analitycznej i suszarki laboratoryjnej. Natomiast do szybkiego oznaczania wilgotności materiałów sypkich metodą konduktancyjną stosuje się znane wilgotnościomierze konduktancyjne, dokonujące pomiaru wielkości elektrycznych prób, takich jak: konduktancja, przenikalność elektryczna itp.

W większości stosowanych obecnie wilgotnościomierzach konduktancyjnych pomiaru konduktanta-

cji dokonuje się omomierzami z magnetoelektrycznym układem pomiarowym lub omomierzami elektronicznymi, które zawierają czujnik pomiarowy, generator, miernik wilgotności, człon kompensacji temperatury i człon korekcyjny.

Czujniki wilgotnościomierzy pracujących na zasadzie pomiaru konduktancji powinny spełnić wiele warunków. Do najważniejszych należą: zapewnienie powtarzalności wyników, rezystancja izolacji większa od maksymalnej rezystancji materiału mierzonego; trwałość mechaniczną oraz mały ciężar. W celu zapewnienia powtarzalności wyników materiał w czujniku podlega prasowaniu pod stałym ciśnieniem.

Przy pomiarach jednorazowych materiał ściskany jest ręcznie przy użyciu pras śrubowych. Stałą wartość ciśnienia zapewnia sprężyna zmontowana w prasie. W czujnikach stosowanych do ciągłych pomiarów wilgotności materiał jest prasowany w szczelinie między dwoma obracającymi się wałkami metalowymi. Wałki są od siebie odizolowane i tworzą elektrody czujnika. Jednakże urządzenia te, ze wspomnianych wcześniej przyczyn, okazują się zawodne przy oznaczaniu wilgotności w takich materiałach sypkich jakimi są skrobie, a szczególnie ziemniaczane.

Według wynalazku urządzenie do seryjnego oznaczania wilgotności skrobi szczególnie ziemniaczanej metodą konduktancyjną posiada sondę pomiarową z dwiema elektrodami pomiarowymi i czujnikiem kompensacji temperatury, umieszczoną w urządzeniu sprasowującym wyposażonym w siłomierz i prasę oraz sondę kompensacyjną w postaci konduktometrycznego naczyńa pomiarowego z elektrodami platynowymi, układem kompensacji wpływu elektrolitów i nastawnym dzielnikiem wejściowym. Prasa stosowana do prasowania próbek skrobi jest prasą śrubową.

W urządzeniu według wynalazku można dokonać pomiaru zawartości wody w skrobi zwłaszcza ziemniaczanej w ciągu kilku minut.

Szybkość dokonywania pomiaru ma znaczenie nie tylko polegające na pracochłonności wykonania oznaczenia, ale przede wszystkim decyduje o możliwości szybkiej ingerencji w prowadzonym procesie technologicznym suszenia skrobi przez dokonywanie natychmiastowych zmian i korekt. Jak wynika z przeprowadzonych badań, stosowana według wynalazku metoda oraz urządzenie zapewnia bardzo dużą dokładność oznaczeń i pod tym względem nie ustępuje dokładności uzyskanej metodą wagowo-suszarkową.

Sposób i urządzenie według wynalazku znajduje zastosowanie przede wszystkim we wszystkich krochmalniach do bieżącej kontroli produkcji krochmalu.

Przedmiot wynalazku, przedstawiono w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat blokowy urządzenia, fig. 2 przekrój podłużny sondy pomiarowej, a fig. 3 przekrój podłużny sondy kompensacyjnej. Jak przedstawiono na rysunku fig. 1 urządzenie do seryjnego oznaczania wilgotności skrobi składa się z urządzenia sprasowującego skrobie 1 zawierającego

sondę pomiarową 1a, siłomierz 1b i prasę 1c, nastawnego dzielnika wejściowego 2 umożliwiające podanie napięcia o odpowiedniej wartości do układu pomiarowego, członu kompensacji wpływu temperatury 3, wzmacniacza pomiarowego 4 o charakterystyce logarytmicznej mającego za zadanie zmniejszenie dynamiki napięcia wejściowego, członu korekcyjnego 5, w którym zachodzi prostowanie napięcia przemiennego oraz dopasowanie charakterystyki wyjściowej wzmacniacza logarytmicznego do charakterystyki miernika wilgotności. Miernika wilgotności 6 wskazującego wartość cyfrową wilgotności badanej próbki, układu kompensacji wpływu zawartości elektrolitów 7 umożliwiającego ustawienie oporności dzielnika wejściowego na odpowiednią wartość zależną od zawartości soli i pH badanej próbki, sondy kompensacyjnej 8 i generatora pomiarowego 9 zapewniającego stałe napięcie zasilające sondę pomiarową i kompensacyjną.

Jak przedstawiono na rysunku fig. 2, sonda pomiarowa 1a składa się z podstawy 10, terminatora kompensacji temperatury 3, elektrody I zakresu pomiarowego 11a i elektrody II zakresu pomiarowego 11b, tulei 12, tłoka 13, prętu prowadzącego 14 i tulei prowadzącej 15. Sonda kompensacyjna 8 przedstawiona na fig. 3 posiada podstawę naczynia 16, naczynie główne 17, elektrody platynowe 18 i pokrywę 19.

Sposób działania urządzenia według wynalazku jest następujący.

Przykład.

I. Pomiar wilgotności skrobi w zakresie 16—25%. Po upływie 15 minut od włączenia aparatu do sieci (w celu ustabilizowania się temperatury wewnątrz aparatu) i przed dokonaniem właściwego pomiaru wilgotności przeprowadza się kompensację zawartości soli i wartości pH w badanej próbce skrobi.

W tym celu do naczynia 17 sondy kompensacyjnej wlewa się wodę destylowaną, przy czym górny jej poziom powinien pokrywać się z kreską znajdującą się na wewnętrznej ścianie naczynia.

Wgłębienie w pokrywę 19 naczynia 17 wypełnia się próbką badanej skrobi ziemniaczanej tak, aby zajęła ona całą objętość wgłębienia. Następnie łączy się obie części sondy kompensacyjnej 8 z próbką skrobi wewnątrz i równomiernie rozprowadza skrobię w wodzie poprzez lekkie potrząsanie sondą.

Po upływie 1 minuty od otrzymania zawiesiny skrobi, za pomocą układu kompensacji wpływu elektrolitów 7 nastawia się oporność dzielnika wejściowego 2 na odpowiednią wartość poprzez włączenie przyciskiem odpowiedniego zakresu wilgotności.

I tak przy pomiarze wilgotności w niskim zakresie tj. 16—25% wody, wskazania miernika cyfrowego wilgotnościomierza doprowadza się za pomocą potencjometru do wartości 20% wody. Dokonuje się wówczas kompensacji wpływu soli i pH.

Następnie do sondy pomiarowej 1a wsypuje się badaną próbkę skrobi (do 3/4 objętości sondy), zamyka sondę tłokiem i ustawia ją w prasie. W cią-

gu 40 sekund na badaną próbkę wywiera się ciśnienie 600 kPa, którego wielkość kontroluje się za pomocą siłomierza 1b.

Wynik cyfrowy wilgotności w procentach odczytuje się na skali miernika. Zawartość wody w badanej próbce skrobi ziemniaczanej wyniosła 19,98%.

II. Pomiar wilgotności skrobi w zakresie 26—50%. Pomiar wilgotności skrobi ziemniaczanej w wyższym zakresie wilgotności dokonuje się podobnie, jak opisano w pkt. I przykładu, z wprowadzeniem następujących zmian:

1. W celu kompensacji zawartości soli i wartości pH włącza się przycisk wyższego zakresu wilgotności i za pomocą drugiego potencjometru doprowadza wskazania miernika cyfrowego do wartości 30% wody.

2. W celu dokonania właściwego pomiaru wilgotności wypełnia się całą objętość sondy pomiarowej badaną próbką skrobi ziemniaczanej.

3. W czasie 40 sekund na badaną próbkę wywiera się ciśnienie 150 kPa, którego wielkość odczytuje się za pomocą siłomierza 1b.

Pozostałe czynności wykonuje się zgodnie z opisem zawartym w punkcie I niniejszego przykładu. W wyniku dokonanego pomiaru wilgotności skrobi ziemniaczanej okazało się, że zawartość wody w badanej próbce wyniosła 37,25%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób seryjnego oznaczania wilgotności skrobi szczególnie ziemniaczanej, polegający na konduktancyjnym oznaczaniu zawartości wody w skrobi przez pomiar przewodnictwa elektrycznego sprasowanej próbki, **znamienny tym**, że przed właściwym pomiarem wilgotności dokonuje się automatycznej kompensacji zmian temperatury i konduktometrycznej kompensacji zawartości elektrolitów oraz wartości pH za pomocą sondy kompensacyjnej, przy czym badaną próbkę skrobi poddaje się sprasowaniu przy zastosowaniu stałego ciśnienia, odpowiedniego do badanego zakresu wilgotności próbki.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się konduktometryczną kompensację zawartości elektrolitów i wartości pH w mleczku skrobiowym sporządzonym z próbki badanej skrobi.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się pomiar wilgotności w dwóch zakresach wilgotności — niskim o 16—25% wody i wysokim o 26—50% wody za pomocą dwóch różnych elektrod pomiarowych sondy pomiarowej.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się kompensację temperatury w zakresie 15—35°C, wartości pH w zakresie 5—7 i zawartości elektrolitów odpowiadającej 0,00—0,5% NaCl.

5. Sposób według zastrz. 3, **znamienny tym**, że stosuje się wielkość stałego nacisku na badaną próbkę umieszczoną w sondzie pomiarowej 600 kPa w niskim zakresie wilgotności i 150 kPa w wysokim zakresie wilgotności.

6. Urządzenie do seryjnego oznaczania wilgotności skrobi zwłaszcza ziemniaczanej metodą konduk-

tancyjną w postaci elektronicznego przyrządu pomiarowego zawierającego czujnik pomiarowy, generator, miernik, układ przesuwania skali miernika, układ kompensacji temperatury, wzmacniacz korekcyjny i zasilacz, **znamiennie tym**, że posiada sondę pomiarową (1a), z dwiema elektrodami pomiarowymi i czujnikiem kompensacji temperatury (3), umieszczoną w urządzeniu sprasowującym wy-

posażonym w termometr (1b) i prasę (1c) oraz sondę kompensacyjną (8) w postaci konduktometrycznego naczynia pomiarowego z elektrodami platynowymi, układem kompensacji wpływu elektrolitów (7) i nastawnym dzielnikiem wejściowym (2).

7. Urządzenie według zastrz. 6, **znamiennie tym**, że prasa (1c) jest prasą śrubową.

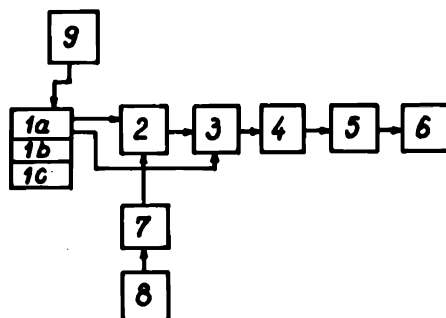


fig. 1

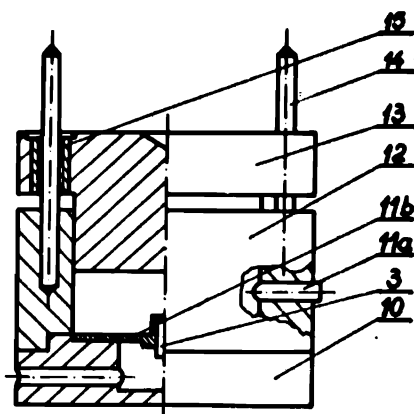


fig. 2

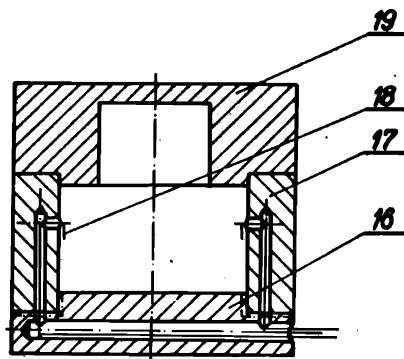


fig. 3

Skład: B. Z. Graf.

Druk: Pracownia Pbligraficzna UP PRL

Cena 100 zł