

ВЛАГОМЕРЫ МИКРОРАДАР-КОНТРОЛЬ ВЛАЖНОСТИ ОТ ПРИЕМКИ ЗЕРНА ДО ГОТОВОГО ПРОДУКТА

1999 г.

Ренгарт И.И.

Контроль качества зерна всегда являлся для России стратегической задачей. Особое место в показателях качества зерна занимает влажность, как параметр изменяющийся в процессе хранения и переработки и, во-многом, определяющий потребительские свойства конечных продуктов питания.

Международная Организация Законодательной Метрологии (OIML) в документе International Recommendation OIML R59 “ВЛАГОМЕРЫ ДЛЯ ЗЕРНА ЗЛАКОВЫХ КУЛЬТУР И МАСЛОСОДЕРЖАЩИХ СЕМЯН” дает максимально допустимые погрешности влагомеров для зерна хлебных злаков не более 3 % относительных. Большинство европейских стран уже изменили свои стандарты для приборов контроля влажности зерна в соответствии с этой рекомендацией.

В настоящее время при анализе зерна используются или образцовые методы, или емкостные и инфракрасные влагомеры. Как известно, образцовые методы трудоемки и требуют большого времени, емкостные влагомеры имеют неприемлемую для современных технологий и не соответствующую указанной рекомендации погрешность в 1-2 % абс. Инфракрасные влагомеры, под которыми мы понимаем приборы инфракрасной суши (Сарториус, Метлер-Толедо, AD-4712-14 и т.д.) не могут использоваться для контроля влажности в потоке. Кроме того, они достаточно дороги и требуют времени для анализа не менее 15 минут, не допуская одновременных параллельных измерений, что делает их преимущество в быстрой реакции перед обычными гравиметрическими методами (например, сушкой в СЭШ-3М) сомнительным. Среди приборов для измерения влажности следует отметить и появившиеся в последние годы анализаторы ближней инфракрасной спектроскопии. Такие анализаторы как InfraALYZER-300 B, Trebor GT-90, Infracotec -1255, InfraAlyzer 400 и др. обеспечивают требуемую погрешность в 0,5 % для муки и целого зерна, есть сообщения об использовании таких анализаторов в потоке. Однако анализаторы этого типа пока чрезвычайно дороги. Кроме того, заложенный в эти приборы чисто эмпирический метод поиска корреляционных зависимостей требует для их градуировки колоссального объема работы и, даже в этом случае, не дает гарантий при использовании на том огромном разнообразии зерновых, которые выращиваются и перерабатываются в России.

В силу вышесказанного нами была предпринята попытка разработки и постановки на серийное производство микроволновых влагомеров, способных охватить все задачи контроля влажности от заготовки зерна до выпуска готовой продукции. Выбор микроволнового метода в качестве основного базировался на работах [1-4], в которых убедительно доказано, что ослабление радиоволн во влажном зерне имеет чрезвычайно высокую чувствительность к влажности и практически не зависит от примесей, минерального состава и процентного соотношения белков, жиров и углеводов. Технические возможности метода позволяют без особых трудностей строить на его базе лабораторные, поточные и переносные влагомеры. [5-10] На рис.1 показаны полученные нами зависимости ослабления микроволн на частоте 10 ГГц от влажности зерна пшеницы, ржи и пшеничной муки. На рис.2 показаны зависимости показаний одного из первых лабораторных влагомеров МР-101, полученные при испытаниях во ВНИИЗе в 1998 г.

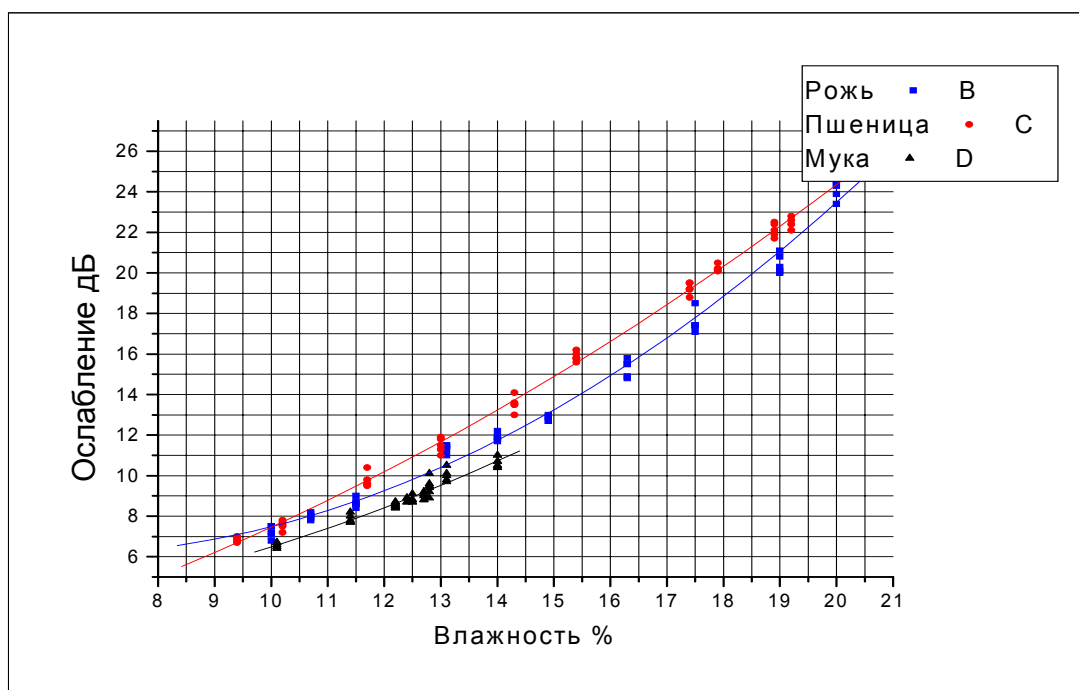


Рис.1.Зависимость ослабления микроволн от влажности зерна пшеницы,зерна ржи и муки.

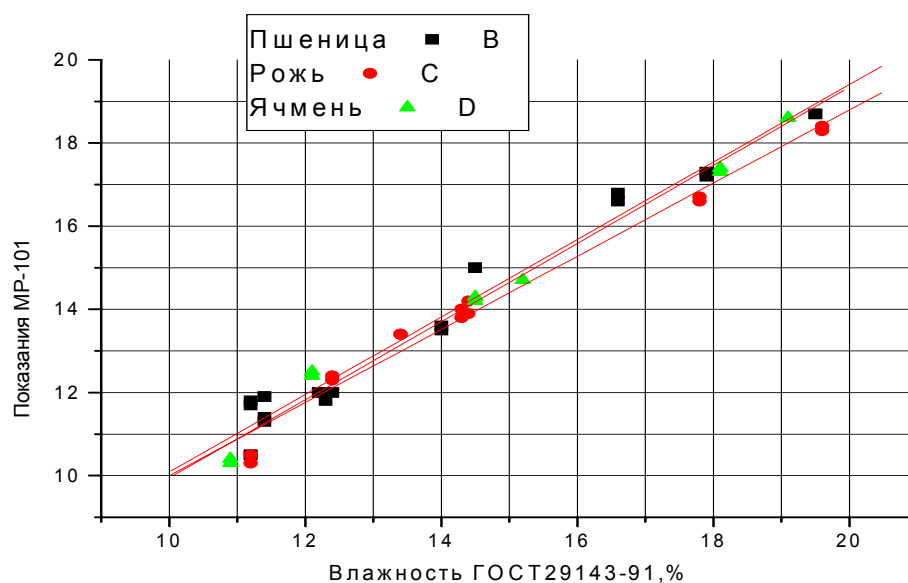


Рис 2. Одни из первых корреляционных кривых ,полученных во ВНИИЗе в 1998 г.

Из рис.2 легко видеть,что в пределах случайной ошибки зависимости практически совпадают.

На рис.3 показаны зависимости ослабления от влажности для семян гречихи,риса, пшена,пшеницы и ржи.Разброс содержания в этих материалах белков, жиров,углеводов и крахмала достаточно велик,однако не оказывает значительного влияния на ослабление разных материалов при одной влажности.

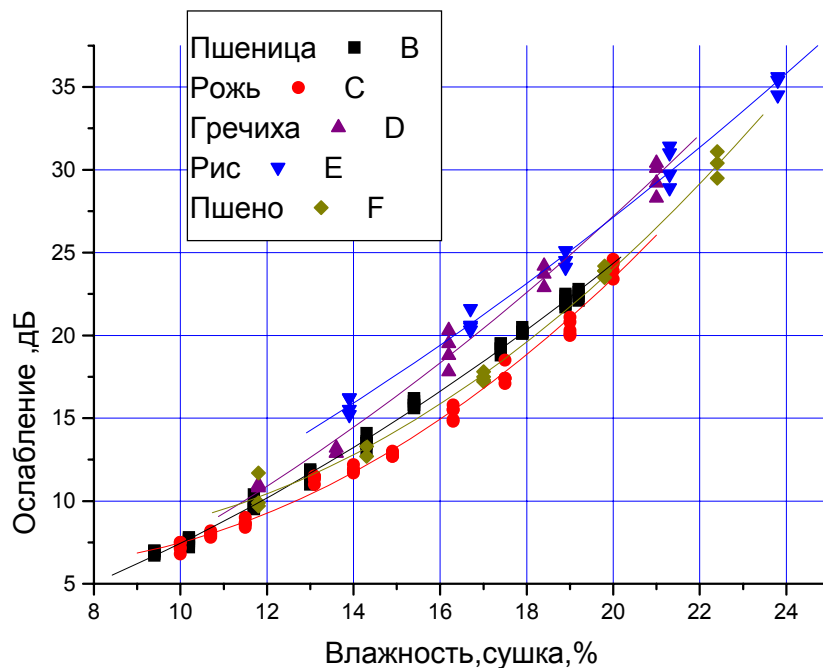


Рис.3.Зависимость ослабления от влажности для семян гречихи,риса, пшеницы,пшеницы и ржи.Измерения проводились в прямоугольном волноводе 23*10 мм на частоте 10,5 ГГц, навеска 10 Г.,температура-20 гр.

Основываясь на имеющихся теоретических и экспериментальных результатах специалистами НПО МИКРОРАДАР был разработан лабораторный влагомер зерна и зернопродуктов МИКРОРАДАР-101.В 1998 г. влагомер прошел государственные испытания и внесен в Госреестр средств измерений РФ,Беларуси и Молдовы. Серийный выпуск начат с конца 1998 г.На рис.5 показаны результаты испытаний одного из серийных влагомеров МР-101 на целой пшенице.

Статистический анализ полученных результатов этих испытаний дает величину $СКО=0,164$ и коэффициент корреляции $R=0,9989$.Столь высокий коэффициент корреляции указывает на практически аналитическую зависимость ослабления микроволн от влажности зерна.Так как для измерения в датчик прибора помещается определенная навеска материала (для пшеницы- 10 г.),то можно ожидать отсутствия влияния природы зерна на показания влагомера.Если учесть,что зависимости ослабления от влажности для зерна пшеницы,ржи и ячменя достаточно близки (см.рис 2),то можно считать ,что влияние минерального состава и процентного соотношения белков ,жиров и углеводов также невелико .

Проводились испытания влагомера и на пшеничной муке.Мука для эксперимента выбиралась случайным образом из белорусского и брянско-орловского регионов.

Результаты испытаний для пшеничной муки дали $СКО=0,11$ и $R=0,986$.

Следует отметить,что экспериментально определенное $СКО$ стандартного метода в наших условиях составило величину 0,05 %,что дает расчетное значение $СКО$ влагомера для муки 0,10 %.

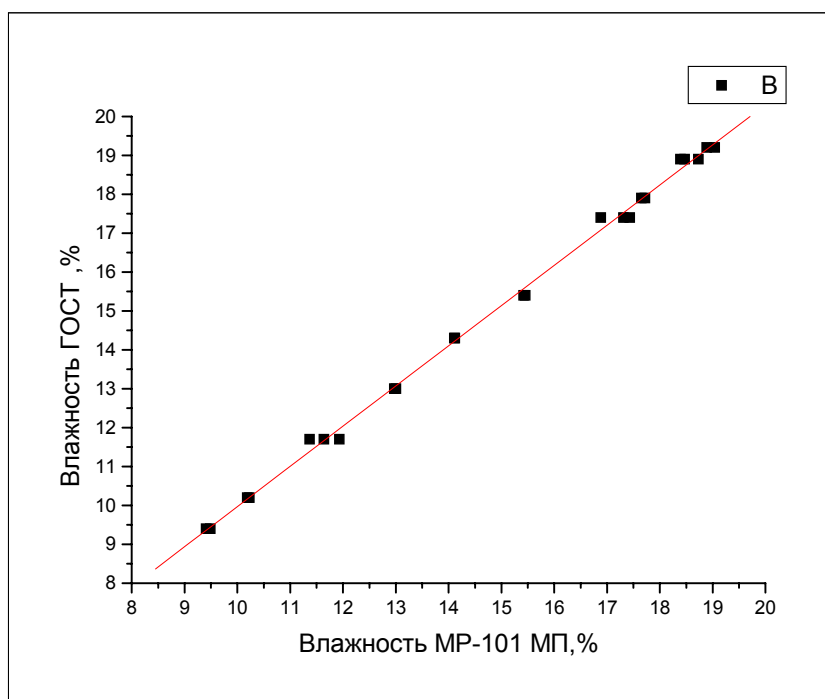


Рис.4.Результаты испытаний влагомера МИКРОРАДАР-101 на зерне пшеницы.

Для реализации на основе микроволновых методов поточных и переносных влагомеров зерна были разработаны просыпные влагомеры, в которых зерно просыпалось через специально сконструированный небольшой самотек.

На рис .5 показаны результаты испытаний просыпного датчика.

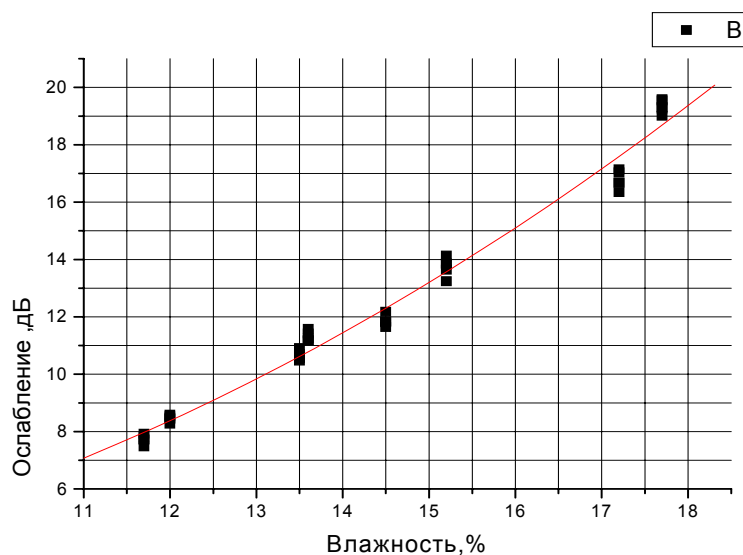


Рис. 5. Зависимость ослабления от влажности в просыпном микроволновом датчике.

В настоящее время на белорусских и российских хлебокомбинатах установлены и успешно работают более 10 поточных влагомеров МИКРОРАДАР-113, обычно в самотеках сушки или доувлажнения, и около двадцати лабораторных влагомеров МИКРОРАДАР-101. Опыт промышленной эксплуатации влагомеров МИКРОРАДАР и накопленный экспериментальный и теоретический материал по-

звolyют выбирать микроволновые методы.как основу при построении национальных систем контроля влажности зерна и зернопродуктов.

ЛИТЕРАТУРА :

1. Теория и практика экспрессного контроля влажности твердых и жидких материалов .Под редакцией Е.С. Кричевского , М., ЭНЕРГИЯ , 1980
- 2.Бензарь В.К.,Ценципер Б.Л., Ренгарт И.И. Два пика диэлектрической релаксации воды в зерне . Известия АН БССР ,сер. Физико-энергетическая, 1984,4,с.72-76
- 3.Kraezewski A.Microwave aquametry - a reviem.-G.Microwave Power,1980, vol.15, N4,p.209-220
- 4.Nelson S.O. Microwave dielectric properties of grain . Trans.ASAE,1973,vol.15 N 3 ,p 902-905 .
- 5.Ренгарт И.И. и др.Устройство для измерения параметров диэлектрических материалов А.св. СССР №1283665.
6. Ренгарт И.И. и др.Устройство для измерения влажности.А.св. СССР №1205004.
- 7.Ренгарт И.И. и др.Устройство для измерения влажности сыпучих материалов.А.св. СССР №1195231.
8. Ренгарт И.И. и др.Устройство для измерения влажности материалов. А. св. СССР №1283665.
9. Ренгарт И.И. и др.Влагомер. А.св. СССР №1337746
10. Ренгарт И.И. и др.Устройство для определения влажности. А.св. СССР №1587430.

ВЛАГОМЕТРИЯ БЛИЖНЕЙ ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

(по книге В.П.Крищенко БЛИЖНЯЯ ИНФРАКРАСНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ)

1.Пшеничная мука СКО 0,14 % К=0,99. Результаты лаб.иссл. на трех частотах
Osborn B.G.,Fearn T.Collaborative evaluation of near infrared analysis for determination of protein,moisture
and hardness in wheat. J.Sci.Food Agric.-1983-Vol.34 № 9,p.1011-1017.

2.Размолотое зерно СКО 1-5 % относит.

3.InfraALYZER-300 В (622) ячмень целый СКО 0,5 % абс, пшеница целая СКО 0,36 %.

4.Trebor GT-90 (148) пшеница целая СКО 0,20 %,ячмень СКО 0,24 %.

5.Infratec -1255 СКО 2-4 % отн.(579)

6.Infratec -1255 СКО при 9-17,6 % 0,08 % на целом зерне,0,12 % на муке(580)

7.InfraAlyzer 500 сканирующий анализатор СКО 0,22 % абс.(362)для пшеницы

8.InfraAlyzer 400 комбикорма свиней СКО 0,31%,птицы СКО 0,49 %,кролики - СКО 0,42 %.
(126)

9. ГОСТР50817-95 расхождение между пар. До 0,3 %.

10. Хлеб СКО 0,51-0,62 %.(534.627)

11. Молотые макароны СКО 0,24 % (410)

12. Сухое молоко СКО 0,10-0,16 % InfraAlyzer 400 (327)

13. Казеин InfraAlyzer 400(327) СКО 0,15 %.

14. Сливочное масло InfraAlyzer 400(327) СКО 0,08%.

15. Голландский сыр InfraAlyzer 400(327) СКО 0,32%.

16. Яичный порошок 4500 NIRSystems ско=0,21 %(626)

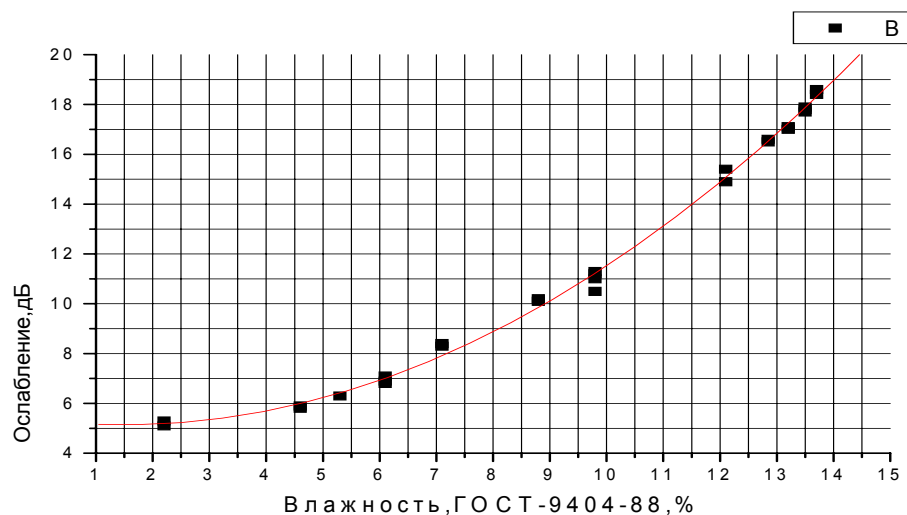
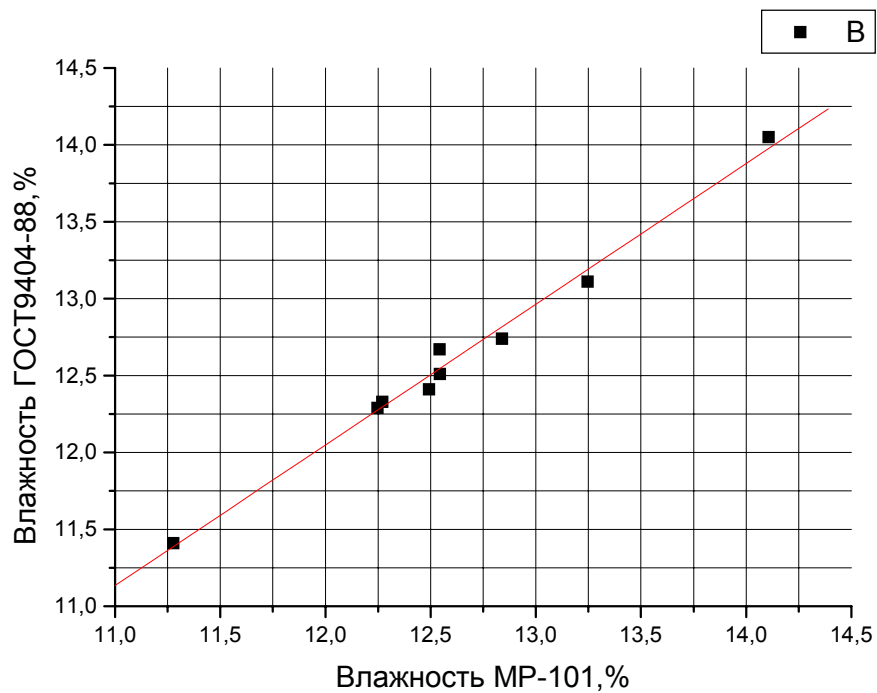
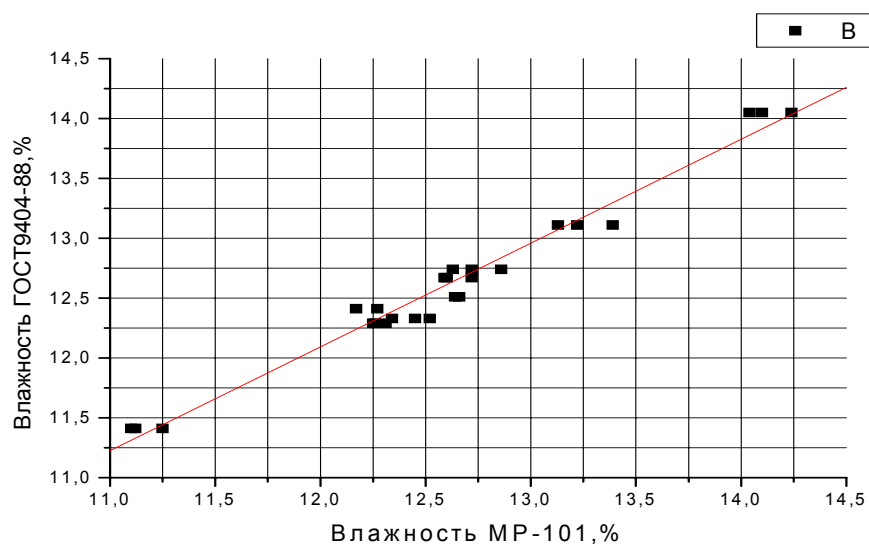


Рис.3.Зависимость ослабления от влажности молотых макарон. Измерения проводились в прямоугольном волноводе 23*10 мм на частоте 10,5 ГГц, навеска 15 Г.,температура-20 гр.



Мука СКО=0,11, R=0,986



МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

МИКРОВОЛНОВЫХ

ВЛАГОМЕРОВ ЗЕРНА

И.И.РЕНГАРТ

Появление новых технологий в производстве сверхвысокочастотных узлов и элементов ,повышение их надежности, падение цен на них и одновременное повышение цен на продукцию сельского хозяйства делают возможным применение микроволновых методов для контроля влажности зерна .

В настоящее время используются ,в основном , кондуктометрические и емкостные влагомеры-ВЗПК - 1 ,ВП - 4, ПВЗ - 10 Д ПВЗ - 20 Д , ВЭ -2 М , ВЗ - 1, ИВЗ , ВЗК - 2, АВЗК - 1, ЭЛЕКТРОНИКА - ВЛК и др. Задачу метрологического обеспечения для этих можно считать решенной как на научном ,так и на законодательном уровне. Однако практические модели указанных типов влагомеров уже отстают по своим характеристикам от запросов потребителей, в частности ,для зерна и зернопродуктов , закрепленных в ГОСТ 8.434 - 81.Фактически ,указанный ГОСТ запрещает использование этих влагомеров ,т. к . ни один из них не удовлетворяет требованию расхождения между параллельными измерениями .

Следует отметить ,что по данным службы маркетинга НПО “МИКРОРАДАР” требования ГОСТа совпали в этом случае с запросами потребителей .Влагомеры с погрешностью 1-2 % абс. ,а именно такую погрешность имеют все перечисленные влагомеры ,сегодня уже не нужны . Однако и с такими техническими характеристиками десять лет назад поверку проходили не более 60 % приборов .С тех пор положение могло только ухудшиться . Одна из причин этого заключается в разрыве между показателями влагомеров ,получаемых на основе СО (сопротивление или емкость) и их погрешностями при действительных измерениях. Существующая схема поверки емкостных влагомеров по СО в применении к влагомерам зерна приводит к ситуации ,когда погрешность поверенных влагомеров выходит за все разумные рамки ,т.к. погрешность емкостных влагомеров в большей степени определяется физико-химическими свойствами зерна ,которые меняются по годам ,регионам ,и даже отдельным полям , чем инструментальной погрешностью приборов ,как измерителей емкости . Это легко понять ,если взглянуть на любое соотношение для диэлектрической проницаемости смесей и учесть факт аномальных значений диэлектрической проницаемости аминокислот ,исчисляемых десятками и сотнями единиц.

Обращение к сверхвысокочастотным ,или ,иначе, микроволновым методам контроля влажности позволяет решить эту проблему.

В самом деле ,на основании многочисленных исследований (1 - 4) можно утверждать,чтоаналитическая зависимость $N = agIW$.выполняется для большинства материалов и геометрий измерений .Здесь N - ослабление микроволн во влажном материале , a - коэффициент поглощения воды для выбранной рабочей частоты , g - плотность влажного материала , W - влажность материала . Проверка этого соотношения показала с точностью не хуже 7 % его выполнение не только для зерна одной культуры из разных регионов ,но и при переходе от одного типа зерна к другому (овес - пшеница - рожь - ячмень)

.Ослабление микроволн - известный стандартизованный параметр ,для измерения которого существует соответствующая аппаратура различных классов точности - образцовые аттенюаторы с погрешностью до 0.05 %.Наиболее высокие требования по относительной точности измерения влажности ,предъявляемые потребителями к влагомерам зерна - 2 %. Из сопоставления этих цифр видно ,что разработка стандартных образцов для микроволновых влагомеров не представляет сложной задачи ,особенно ,если учесть ,что соответствующие радиоматериалы существуют и давно используются в радиопромышленности с аналогичными целями . Однако представляется разумным использовать стандартные образцы только для межсезонных поверок и поверок влагомеров при выпуске приборов с завода ,т.к. накопленная статистика по эксплуатации микроволновых влагомеров не позволяет однозначно утверждать независимость результатов измерений влажности от годовых вариаций свойств зерна ,например ,его плотности . В то же время ,опыт эксплуатации в течение 1996 -1997 г. десяти микроволновых влагомеров зерна и зернопродуктов “МИКРОРАДАР - 101” показал ,что среднеквадратическое отклонение по всем приборам не превышало величины 0.25 % абс. ,что позволяет использовать влагомер “МИКРОРАДАР-101 ” как образцовое средство измерений 1 - ого разряда , а СО использовать как поверочное средство на месте эксплуатации влагомеров. Тогда поверочная схема

для влагомеров зерна может выглядеть следующим образом :

УСТАНОВКА ВЫСШЕЙ ТОЧНОСТИ ДЛЯ
ВОСПРОИЗВЕДЕНИЯ ЕДИНИЦЫ
ВЛАЖНОСТИ
ЗЕРНА И ЗЕРНОПРОДУКТОВ
Региональные центры метрологии



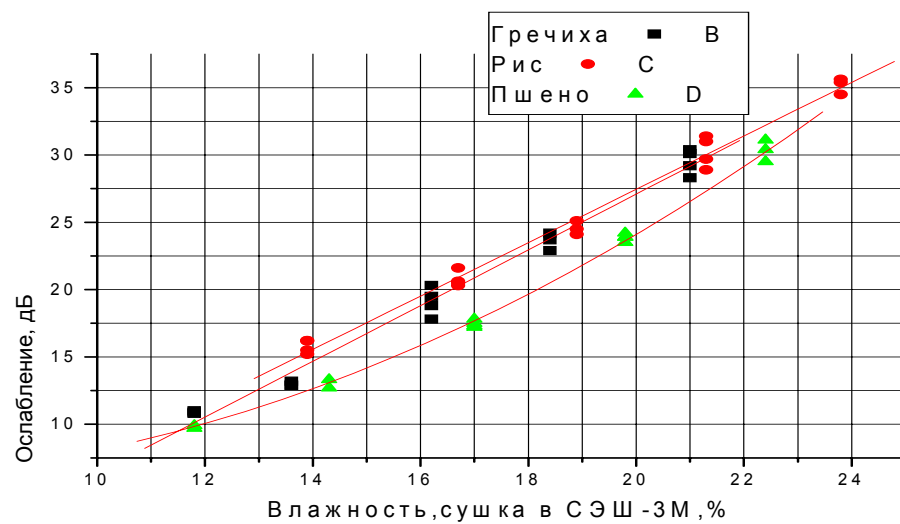
Так как точность микроволновых влагомеров выше требований ГОСТ 8.434 -81 , регламентирующих допустимую погрешность , то при реализации предлагаемой поверочной схемы микроволновые влагомеры “МИКРОРАДАР-101 ” могут выступать как поверочными средствами, так и рабочими влагомерами зерна. Стандартные образцы поверяются в районных центрах одновременно с влагомерами и служат для калибровки влагомеров в интервалах между поверками.

ЛИТЕРАТУРА : 1. Теория и практика экспрессного контроля влажности твердых и жидких материалов .Под редакцией Е.С. Кричевского ,М., ЭНЕРГИЯ , 1980

2.Бензарь В.К.,Ценципер Б.Л., Ренгарт И.И. Два пика диэлектрической релаксации воды в зерне . Известия АН БССР ,сер. Физико-энергетическая,1984,4,с.72-76

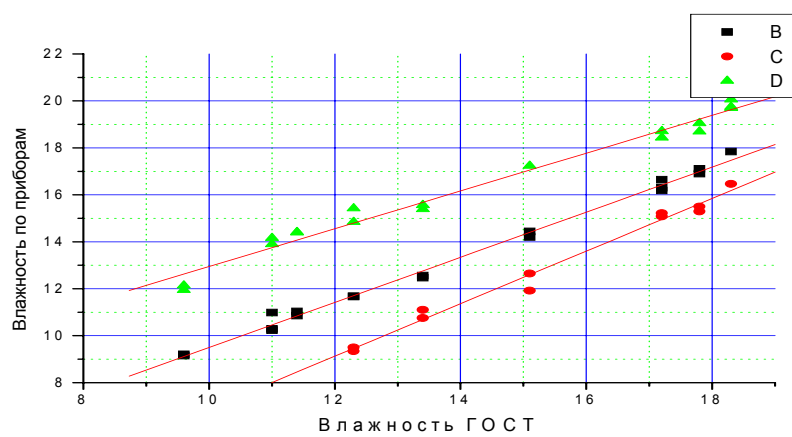
3.Kraezewski A.Microwave aquametry - a reviem.-G.Microwave Power,1980, vol.15, N4,p.209-220

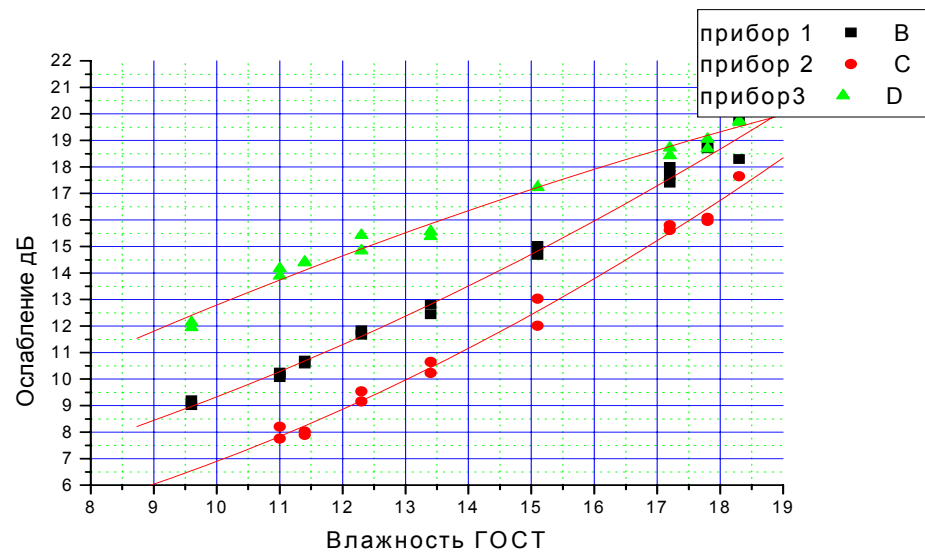
4.Nelson S.O. Microwave dielectric properties of grain . Trans.ASAE,1973,vol.15 N 3 ,p 902-905 .



Исследование трех влагомеров МР101 МП

9.03.99





Выводы: сдвиг влажностных х-к $N=f(W)$ не является аддитивным для проверенных трех приборов . Это означает невозможность полной градуировки по аттенюатору. Основную градуировочную х-ку (при 20 гр.) необходимо зашивать на реальном материале на каждом влагомере. Подтверждается это и возросшей погрешностью “вторичных” влагомеров. СКО первичного- 0,26%, “вторичных”-0,29 и 0,38 %.