

# АНАЛИЗ ВЛАЖНОСТИ



Правильная  
установка  
Безупречная работа  
Быстрота измерений  
Точность результатов

Процедуры  
Основные  
принципы

## Определение влажности

С ПОМОЩЬЮ ГАЛОГЕННОГО ВЛАГОАНАЛИЗАТОРА

METTLER TOLEDO





---

## **Содержание**

<b>1. Введение</b>	3
<b>2. Структура и содержание</b>	4
<b>3. Определение содержания влаги с помощью галогенного анализатора влажности</b>	
3.1. Принцип измерения	5
3.2. Установка	8
3.2.1. Месторасположение анализатора влажности	8
3.2.2. Ввод в эксплуатацию	11
3.2.3. Повседневная эксплуатация	13
3.2.4. Работа с образцами	14
3.3. Разработка методики и особые образцы	18
3.3.1. Разработка методики	19
3.3.2. Особые образцы	25
3.4. Аттестация метода	30
3.5. Примеры применений	32
<b>4. Обзор различных технологий для определения содержания влаги</b>	36
<b>5. Технические термины</b>	38
<b>6. Алфавитный указатель</b>	42
<b>7. Литература</b>	44



---

# 1. Введение

Присутствие влаги влияет на срок хранения, потребительские свойства и качество многих продуктов, включая фармацевтические препараты, пластмассы и продукты питания. Поэтому контроль влагосодержания имеет столь огромное значение. Для большинства веществ установлено оптимальное содержание влаги, позволяющее получать наилучшие результаты при обработке и, следовательно, достигать максимального качества. Более того, содержание влаги затрагивает и цену, поэтому существуют законодательные нормы для некоторых продуктов, определяющие максимально допустимое содержание влаги (например, национальные нормативы для пищевых продуктов).

Это означает, что определение содержания влаги необходимо и в торговле, и в промышленности. Определение содержания влаги должно происходить быстро и надежно, чтобы вмешательство в производственный процесс было оперативным и не требовало прерывания работы. Быстрым и точным способом определения содержания влаги является термогравиметрическое измерение с помощью галогенного анализатора влажности. Образец взвешивается и нагревается с помощью галогенной лампы (инфракрасного излучателя). Потеря в весе непрерывно регистрируется и сушка останавливается при достижении заданного критерия. Содержание влаги автоматически рассчитывается исходя из разницы в весе (см. раздел 3.1 «Принцип измерения»).

Во время термогравиметрического измерения потеря массы не может быть полностью отнесена к потере воды, поскольку при нагревании могут испаряться и другие вещества. Поэтому при использовании термогравиметрических процедур мы говорим о содержании влаги (см. раздел 5. «Технические термины»).

---

## 2. Структура и содержание руководства

Это руководство призвано помочь вам в измерении содержания влаги с помощью галогенного анализатора влажности. Оно содержит информацию о ключевых моментах, важных для работы с этим прибором, и поможет вам быстро, надежно и легко определять содержание влаги.

Помимо предоставления информации об установке, размещении и уходе за прибором, о работе с образцами, брошюра расскажет вам также о том, как подобрать оптимальные настройки для вашего образца (см. раздел 3.3.1 «Разработка методики»). Вы сможете быстро и легко использовать галогенный анализатор влажности для получения воспроизводимых значений содержания влаги, определенных с помощью стандартной процедуры (например, с применением сушильного шкафа). Вы также найдете полезные советы о том, как получать отличные результаты для особых образцов, таких как жидкости или вещества, образующие пленку.

Данное руководство дополнено информацией по аттестации методики, несколькими примерами применения и кратким сравнением различных технологий, которые можно использовать для определения содержания влаги в веществах.

## 3. Определение содержания влаги с помощью галогенного анализатора влажности

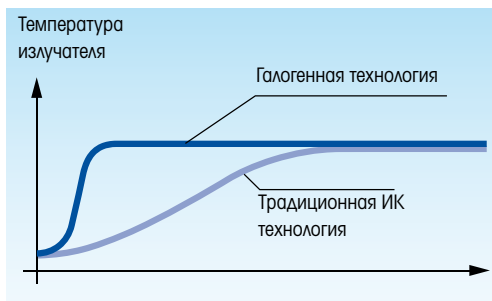
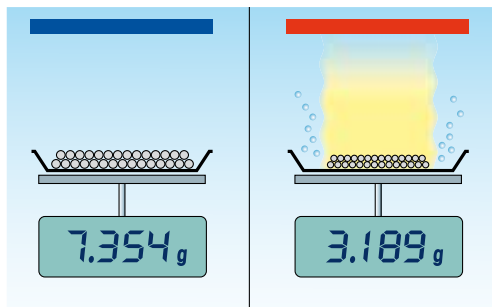
### 3.1. Принцип измерения

В данном разделе описывается способ, которым галогенный анализатор влажности определяет содержание влаги. Он включает метод сушки (нагрев образца с помощью теплового излучения) и принцип определения критерия остановки.

#### Галогенный анализатор влажности

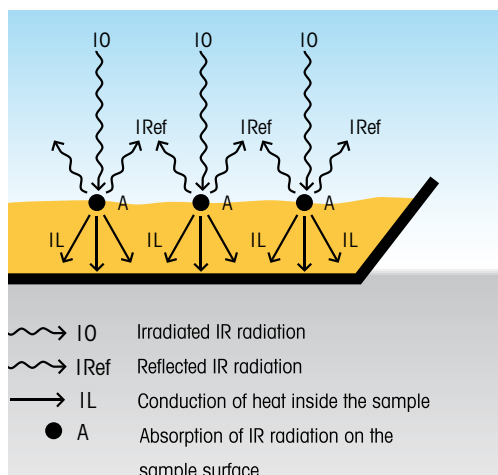
Галогенный анализатор влажности работает согласно термogrавиметрическому принципу, т.е. сперва записывается начальная масса образца, а затем галогенный излучатель высушивает его, в то время как встроенные весы непрерывно регистрируют массу образца. Общая потеря массы рассматривается как содержание влаги.

Сушка с помощью галогенного излучателя является предпочтительным методом высушивания с помощью инфракрасного излучения. Нагревательный элемент состоит из стеклянной трубки, заполненной газообразным галогеном. Поскольку масса галогенного излучателя очень низка по сравнению с традиционными инфракрасными излучателями, максимальный выход тепла достигается быстро и значительно лучше контролируется. В комбинации с рефлектором с позолоченным покрытием он обеспечивает оптимальное, равномерное распределение теплового излучения по всей поверхности образца. Это незаменимо для получения воспроизводимых результатов.

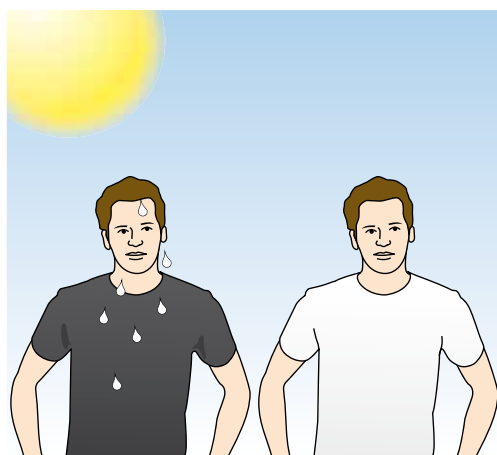


## Процесс сушки

В отличие от традиционного сушильного шкафа, в котором образец нагревается за счет конвекции и сушится в течение длительного времени, образец в галогенном анализаторе поглощает инфракрасное (тепловое) излучение галогенной лампы и поэтому нагревается очень быстро.



Разные вещества имеют разные характеристики поглощения. Они зависят, в основном, от цвета и материала. Поэтому важно, чтобы образец был однородным и равномерно гранулированным. Гладкие и светлые поверхности обычно отражают больше инфракрасного излучения, а значит, поглощают меньше энергии и меньше нагреваются. Это означает, что характеристики поглощения образца влияют на его эффективную температуру.



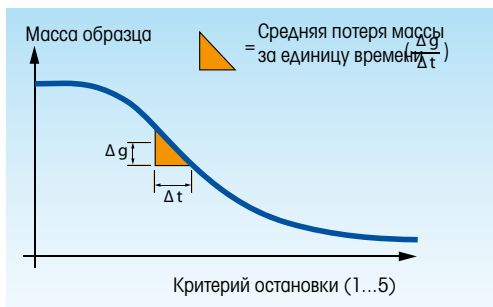


## Критерий остановки

Критерий остановки (АК) определяет точку, при которой измерение с помощью галогенного анализатора влажности автоматически прекращается, а результаты выводятся на экран.

Галогенный анализатор влажности предлагает критерии остановки двух разных типов: остановка с временным контролем или по уменьшению массы на единицу времени. Встроенные весы непрерывно определяют потерю массы образца в процессе сушки. Если потеря массы ( $\Delta g$ ) падает ниже заданной величины в течение определенного времени ( $\Delta t$ ), процесс сушки прекращается на данной степени высыхания, а результаты выводятся на дисплей. Можно выбрать один из 5 заданных критериев остановки.

- АК 1 (1 мг/10 с): Подходит для быстрых измерений тенденций
- АК 2 (1 мг/20 с): Промежуточный уровень
- АК 3 (1 мг/50 с): Стандартное значение, подходит для образцов большинства типов
- АК 4 (1 мг/90 с): Промежуточный уровень
- АК 5 (1 мг/140 с): Подходит для образцов, которые высыхают медленно и имеют низкое содержание влаги (например, пластмассы)



При использовании галогенного анализатора влажности HR83 можно свободно задавать период времени и желаемую потерю массы. Выбранный критерий остановки влияет на период измерения и его точность. Процесс сушки будет выполнен в кратчайшее время, если выбран АК 1, но в этом случае сушка часто заканчивается не полностью, что приводит к снижению воспроизводимости. Выбирая критерий остановки, вы оптимизируете длительность измерения за счет требуемой точности его результата.

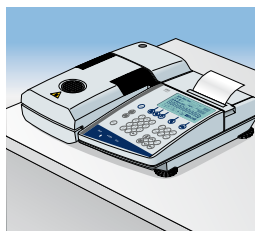
---

## 3.2. Установка

---

### 3.2.1. Расположение галогенного анализатора влажности

Поскольку измерение влажности с помощью галогенного анализатора влажности основано на процедуре высокоточного взвешивания, точность и воспроизводимость тесно связаны с местом расположения прибора. Для обеспечения наилучших условий работы анализатора влажности соблюдайте следующие указания.



#### Рабочий стол

- Устойчивый (лабораторный стол, Laborkorpus, каменный стол)  
Ваш стол для взвешивания не должен прогибаться, когда на нем работают, и должен передавать как можно меньше вибраций.

Совет: Можно использовать защиту от вибрации, чтобы адаптировать прибор к условиям окружающей среды в месте установки. Например, установите наибольшую защиту от вибрации для работы с неблагоприятных условиях.

Menu 3  
VIBRA HIGH

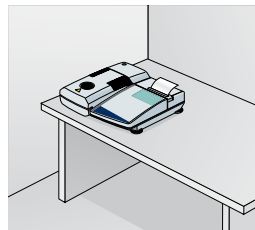
- Антимагнитный (без стальной плиты)
- Закрепленный к стене или полу  
Стол должен либо стоять на полу, либо быть крепиться к стене, но не то и другое одновременно, иначе будут передаваться вибрации с обеих сторон.

Стол для взвешивания должен быть достаточно устойчив, чтобы отображаемая масса не менялась, если на стол облокотиться или подойти достаточно близко.

## Рабочее помещение

- Без вибраций
- Без воздушных потоков

Установите стол в углу помещения. Именно здесь меньше всего вибраций.

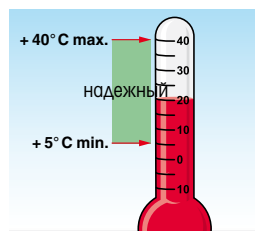


## Свободное место

- Обеспечьте достаточно свободного места вокруг прибора, чтобы тепло не накапливалось и не возникало перегрева (примерно 1 м).
- Обеспечьте достаточную удаленность от горючих материалов.
- Обеспечьте удаленность от других чувствительных приборов.

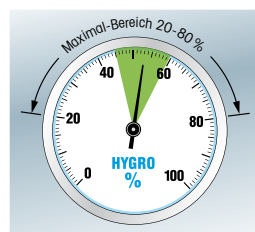
## Температура

- Насколько это возможно, поддерживайте в помещении постоянную температуру. Результаты взвешивания зависят от температуры.
- Не устанавливайте анализатор влажности вблизи нагревательных приборов и окон (тепловое облучение).

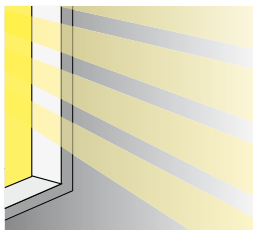


## Атмосферная влажность

- Относительная влажность атмосферного воздуха (% RH) должна быть в пределах от 45 до 60%. Не допускается эксплуатация весов выше или ниже диапазона измерения от 20 до 80% отн. влажности.



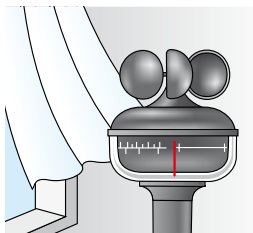
Некоторые образцы очень гигроскопичны. Поэтому для обеспечения достаточной воспроизводимости результатов относительная влажность воздуха должна быть постоянной.



## Свет

- Если есть возможность, установите анализатор влажности у стены, в которой нет окна.  
Прямой солнечный свет (= нагрев) влияет на результаты измерений.

**Примечание.** Активное охлаждение защищает датчик массы от нагрева под действием галогенного излучателя. Однако датчик массы не защищен от теплового излучения с боковых сторон, и поэтому прямой солнечный свет может влиять на результаты измерения.



## Поток воздуха

- Не устанавливайте анализатор влажности в потоке воздуха от кондиционеров или устройств с вентиляторами, таких как компьютеры или большие лабораторные приборы.
- Устанавливайте анализатор влажности на достаточном расстоянии от батарей отопления. Помимо воздействия изучаемого тепла, они также создают сильные и мешающие работе анализатора потоки воздуха.
- Не устанавливайте анализатор около двери.
- Избегайте мест, где все время ходят люди (это также создает потоки воздуха).
- Если есть возможность, оставляйте окна закрытыми, чтобы не было сквозняков.

### 3.2.2. Ввод в эксплуатацию

Галогенные анализаторы влажности являются высокоточными измерительными приборами. Советы и рекомендации помогут добиться стабильных результатов.

#### Включение

- Не отключайте анализатор влажности от источника питания, чтобы внутри прибора установилось тепловое равновесие.
- Если вам необходимо выключить прибор, используйте кнопку On/Off. После этого анализатор влажности перейдет в режим ожидания.

**Совет:** При первом подключении к источнику питания мы рекомендуем дать прибору не менее 30 минут на акклиматизацию.



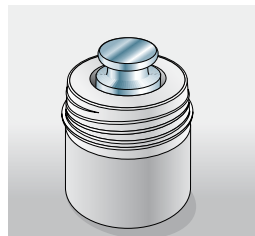
#### Установка уровня

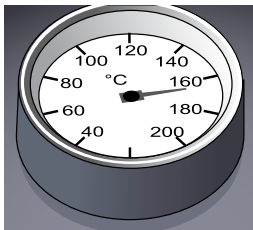
- Выровняйте анализатор влажности.  
Прибор имеет винтовые ножки и устройство контроля уровня (индикатор уровня) для точного выравнивания на поверхности стола.
- Убедитесь в том, что устройство стоит устойчиво.



#### Настройка

- Регулярно проверяйте настройки весов и нагревательного модуля, особенно
  - когда работаете с анализатором влажности впервые,
  - после изменения места установки,
  - после больших изменений температуры в помещении,
  - после выравнивания (только для весов).





- Настраивайте прибор при рабочей температуре.
- Частота настройки зависит от ваших требований к качеству и рисков в отношении безопасности.

**Примечание.** Настраивайте анализатор влажности только после периода акклиматизации в холодном состоянии (как устройства, так и комплекта регулировки температуры) — например, утром перед первым измерением. Это обеспечит выполнение всех регулировок с оборудованием, находящимся в одном и том же состоянии.

**Совет:** Пользуйтесь грузами и термометрами с калибровочным сертификатом. Только таким образом можно обеспечить возможность отслеживания тестового оборудования.



## Пакет IPac Moisture

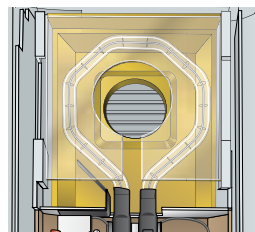
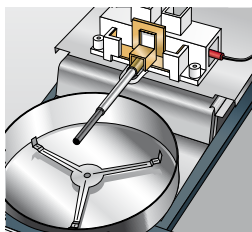
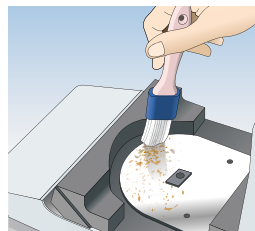
Инженеры МЕТТЛЕР ТОЛЕДО используют IPac Moisture для выполнения установки, проверки пригодности и точной настройки вашего прибора. IPac Moisture включает калибровочный сертификат, инструкции для пользователя и определение повседневных проверок, что гарантирует возможность немедленного начала использования анализатора влажности и его надежную повседневную работу.

### 3.2.3. Повседневная эксплуатация

Для обеспечения точности результатов измерений необходимо соблюдать указания по уходу, калибровке и техническому обслуживанию.

#### Уход за анализатором влажности

- Следите за чистотой зоны чашки для образца (например, чистите ее щеткой).
- Удаляйте грязь с датчика температуры и защитного стекла на нагревательном модуле (подробнее см. в инструкции по эксплуатации).
- Мягким чистящим средством (например, средством для мытья стекол) мойте прибор и зону чашки для образца.
- Заменяйте рефлектор галогенного нагревателя, если поврежден отражающий слой.



#### Интервалы калибровки и технического обслуживания

- Регулярное проведение проверки (тестирование) и, при необходимости, калибровки нагревательного модуля обеспечит стабильное и воспроизводимое выделение тепла в течение всего срока эксплуатации прибора. Поэтому мы рекомендуем заранее определить интервалы проверок весового модуля и нагревательного модуля.
- Ежегодное техническое обслуживание, выполняемое специалистами МЕТТЛЕР ТОЛЕДО, позволит гарантировать качество, точность измерений и ценность вашего галогенного анализатора влажности.

Совет: Галогенный анализатор влажности HR83 позволяет свободно выбирать температуру теста в пределах от 50°C до 180°C. Это позволяет проверять выход тепла при конкретной температуре сушки (например, при 130°C).



► [www.mt.com/smartcal](http://www.mt.com/smartcal)

### 3.2.4. Работа с образцами



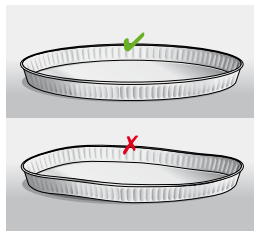
#### Информация по технике безопасности

- Некоторые образцы требуют особой осторожности, так как могут причинить вред людям или повредить предметы. К ним относятся горючие, взрывоопасные, токсичные и едкие вещества и/или образцы, выделяющие такие вещества при сушке или нагреве.
- Никогда не сушите горючие или взрывоопасные вещества. Если есть сомнения, используйте небольшой образец (не более 1 грамма) и низкие температуры.
- Проведите анализ рисков (например, в отношении риска взрыва, огнеопасности, токсичности и едких свойств образца и выделяемых при нагревании паров).
- Если необходимо, работайте в вытяжном шкафу (тогда и калибровку необходимо проводить там же).

**Внимание!** Температура поверхности радиатора выше, чем температура измерения, поэтому возможно воспламенение горючих паров, когда они будут проходить мимо.

**Примечание.** Всю ответственность за ущерб в результате использования образцов вышеупомянутых типов несет пользователь.

#### Чашки для образцов



- Для определения влажности используйте только чистые чашки для образцов.
- Не используйте деформированные чашки.

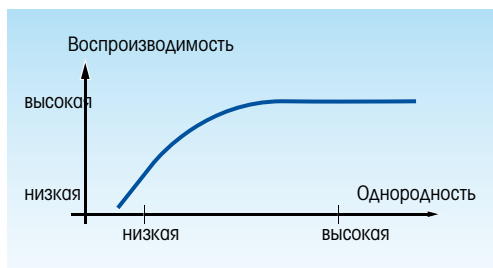
**Совет:** Использование одноразовых алюминиевых чашек для образцов гарантирует надежность измерений, исключая вероятность остатков предыдущих образцов или чистящих средств. Имеются также упрочненные алюминиевые чашки для образцов. Они подходят для образцов, которые сжимаются при высушивании и могут деформировать чашку.

Пожалуйста, утилизируйте использованные чашки надлежащим образом.



## Отбор проб

Порядок отбора проб оказывает большое влияние на воспроизводимость результатов измерения.



- Представление полного объема
- Обеспечьте однородность (хорошее перемешивание), например, сначала смешайте и перемешайте полный объем.
- Отбор образца достаточного объема
- Не должно быть добавления или удаления влаги при отборе проб (выполняйте работу как можно быстрее)
- Если измерения проводятся не сразу: храните герметично закрытую емкость без воздушной подушки (заполненную до конца)

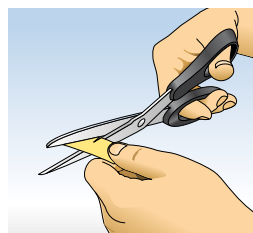


## Подготовка образцов

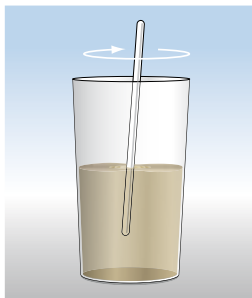
Правильная подготовка образцов после их отбора также является ключевым фактором воспроизводимости и надежности результатов.

- Обеспечьте равномерное гранулирование (размер частиц).
- Если необходимо, увеличьте площадь поверхности образца, измельчив его. Это обеспечит более качественное и быстрое выделение влаги в процессе сушки (более быструю диффузию влаги к поверхности).
- На этой стадии нельзя нагревать образец, так как это приведет к потере влаги в процессе подготовки.

Механическое измельчение можно проводить, например, в ступе, измельчителе (с водяным охлаждением) или просто нарезкой.



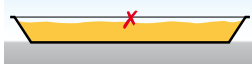
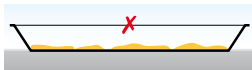
**Совет:** Можно увеличить площадь поверхности и таким образом ускорить высушивание жидкостей с помощью фильтра из стекловолнока.



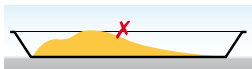
## Нанесение образцов

Равномерно распределенный образец обеспечивает равномерное распределение тепла по веществу, в котором проводится измерение, позволяя влаге равномерно диффундировать из образца. Это позволяет получать результаты, которые легче воспроизвести.

- Тщательно перемешайте образец, прежде чем добавлять его на чашку для образца.
- Всегда используйте образец одного и того же объема, чтобы добиться хорошей воспроизводимости.

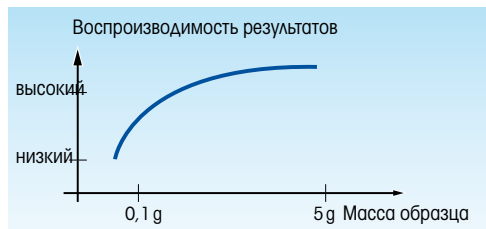
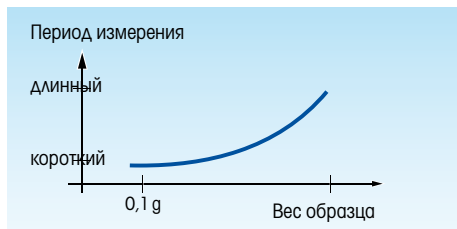


- Используйте образец правильного размера. Чашка должна быть покрыта тонким и ровным слоем образца по всей площади поверхности.



- Распределите образец равномерно по чашке (не сгребайте его в комки).

Влияние массы образца на воспроизводимость и продолжительность измерения:



При большей массе образца испаряется больше воды, и определение содержания влаги занимает больше времени. Кроме того, слишком большой объем образца может стать причиной неравномерного распределения тепла и снижения точности результатов. С другой стороны, с уменьшением массы образца падает воспроизводимость (высокое стандартное отклонение).

Стандартное отклонение для образца 1 массой 2 г: 0,05%

Стандартное отклонение для образца 1 массой 10 г: 0,01%

<sup>1</sup>Идеальный образец — такой, в котором вся влага может выйти наружу без распада самого образца (например, влажный песок). Отклонения являются результатом неопределенности, связанной с веществом, и воспроизводимости, которую может гарантировать прибор (в данном случае HR83). В действительности различия между измерениями одной серии (неидеальных образцов) могут быть больше, чем показанные в таблице значения.

---

### 3.3. Методы и особые образцы

---

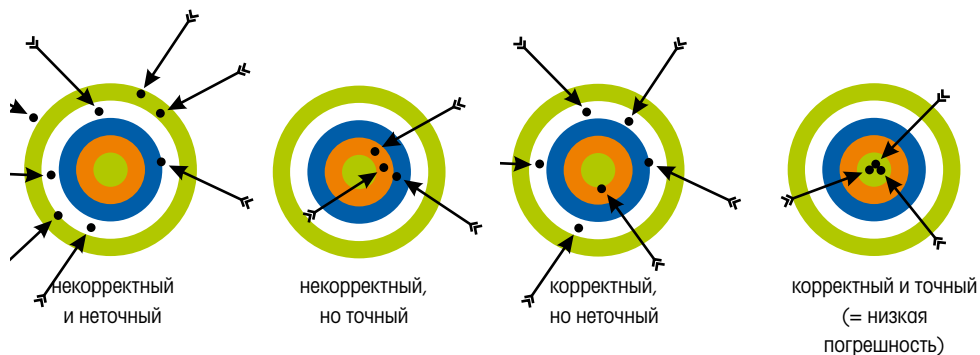
Галогенный анализатор влажности — удобное в использовании измерительное устройство, позволяющее легко и быстро определять содержание влаги в образцах. Выбор метода определения содержания влаги часто диктуется законодательными требованиями, принятыми торговыми стандартами и внутренними корпоративными инструкциями для веществ. Метод с использованием сушильного шкафа или титрование по Карлу Фишеру часто используются в качестве контрольной процедуры.

В таких случаях задача состоит в том, чтобы получить те же результаты с помощью галогенного анализатора влажности, что и с помощью контрольной процедуры (или добиться известного и воспроизводимого отклонения от контрольного значения). Для этого необходимо выполнить регулировку, задав такие параметры, как температура сушки, программа сушки (см. раздел 3.1 «Принцип измерения») и вес образца, а также порядок работы с образцом. Это называют разработкой методики, в которой вышеупомянутые параметры описываются как метод. Один и тот же метод может использоваться для разных веществ.

В следующей главе рассматриваются основы разработки методик. Далее приводится информация о том, как работать с особыми образцами, чтобы получать точные результаты измерений.

Однако может оказаться, что вы не пользуетесь контрольной процедурой и у вас нет контрольного значения. Цель разработки методики в этом случае — найти параметры, с которыми вы сможете получать воспроизводимые (точные) результаты измерений, и которыми можно будет пользоваться для оценки качества образцов.

Оптимизировать измерения можно в трех аспектах: корректность, точность (воспроизводимость) и скорость. На схеме показаны условия корректности, погрешности и точности.



### 3.3.1. Разработка методики

- Обратите внимание на базовые требования, изложенные в разделе «3.2 Установка».
- Мы также рекомендуем выполнять разработку методики за короткий промежуток времени. Так вы не позволите образцу измениться за время проведения процедуры, что могло бы повлиять на результат измерения.
- Лучше всего разрабатывать методику в условиях эксплуатации на месте установки анализатора влажности.
- Возьмите и подготовьте образцы таким же способом, как и для контрольной процедуры (обычно — в сушильном шкафу).
- Помните о порядке работы с образцами (см. раздел 3.2.4 «Работа с образцами»).

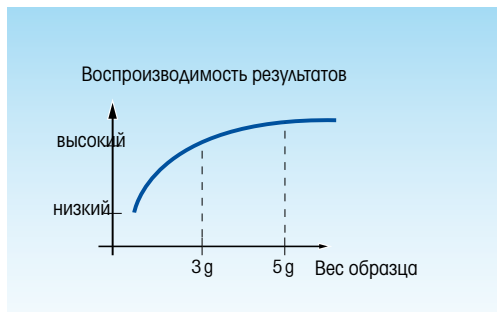
#### 1. Первое измерение: как достичь контрольного значения

Ознакомьтесь с существующими методами, специально разработанными для анализаторов влажности МЕТТЛЕР ТОЛЕДО. Они подскажут вам возможные начальные настройки для первичного измерения.

- Возможно, у вас уже есть метод для аналогичного образца?
- Обратитесь к прикладной базе данных МЕТТЛЕР ТОЛЕДО, в ней содержится большое количество уже готовых методик.

► [www.mt.com/moisture-methods](http://www.mt.com/moisture-methods)

Если найдете аналогичный образец, используйте параметры этой методики для первичного измерения в веществе. Если вы не найдете аналогичных методик, воспользуйтесь следующими базовыми настройками:

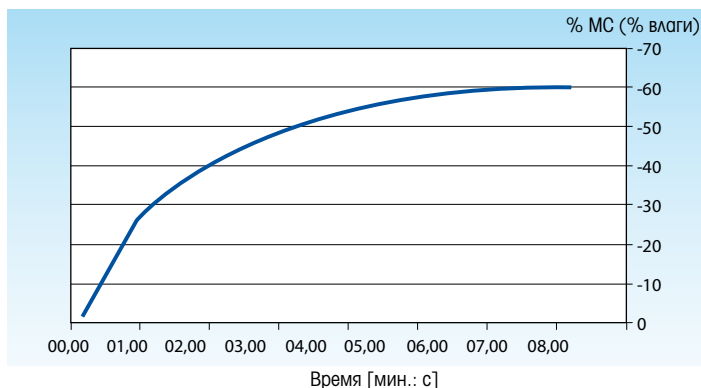


- Стандартная сушка
- Температура:
  - 1) Температура в методе с сушильным шкафом
  - 2) Если нет методик для сушильного шкафа: Органический (температурно-чувствительный) образец: 105°C, Неорганический (температурно-нечувствительный) образец: 150°C
- Критерий остановки 3 (1 мг/50 с)
- Образец 3–5 г (распределить равномерно по чашке для образца)

Проведите первичное измерение и запишите тенденцию измерения.

**Совет:** Обратите внимание на примечания для особых образцов, таких как жидкие образцы, приведенные в разделе 3.3.2 «Особые образцы».

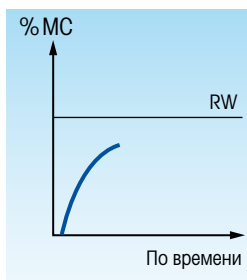
**Совет:** Вместо того, чтобы выполнять трудоемкую работу по вводу результатов в таблицу для записи кривой сушки, вы можете воспользоваться ПО, например LabX direct moisture. Данные выводятся в виде кривой сушки.



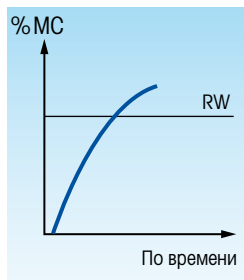
## 2. Анализ характеристик высыхания

- Посмотрите на образец и оцените его. Сильное обесцвечивание или плавление указывают на слишком высокую температуру.
- Считайте результаты и посмотрите на кривую сушки, чтобы оценить характер высыхания.

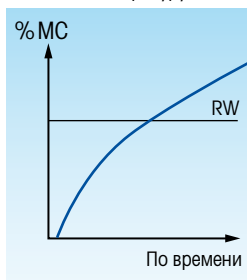
RW = контрольное значение



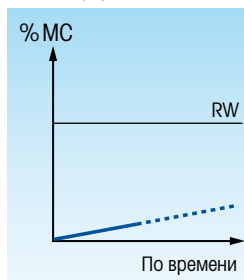
Значение падает ниже контрольного: повысьте температуру.



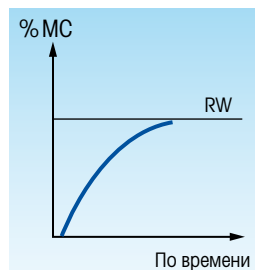
Превышено контрольное значение: понизьте температуру.



Анализатор влажности не выключается. Критерий остановки не выполняется из-за реакций распада: понизьте температуру.



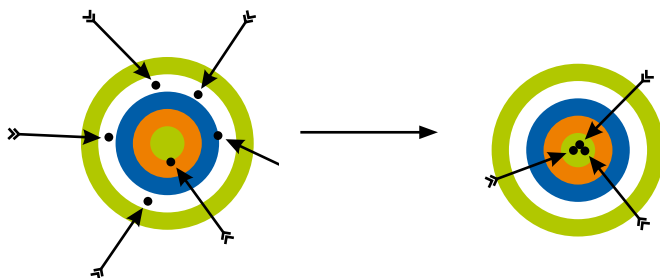
Критерий остановки не выполняется. Измерение остановлено пользователем либо из-за отсутствия выделения влаги, либо из-за очень медленного выделения: повысьте температуру.



Отрегулируйте температуру до достижения контрольного значения (точности).

Теперь проверьте воспроизводимость, например, выполнив три измерения и вычислив среднее значение и стандартное отклонение.

### 3. Как оптимизировать точность



- Увеличьте объем, особенно для образцов с низким содержанием влаги.
- Оптимизируйте забор и подготовку образцов. В частности, обеспечьте хорошую однородность и равномерное распределение образца.
- Используйте более точный критерий остановки 4 (1 мг/90 с) или 5.

### 4. Как оптимизировать скорость

Приведенная ниже информация поможет вам быстрее получать результаты измерений. Однако указанные факторы также могут повлиять на точность результатов.

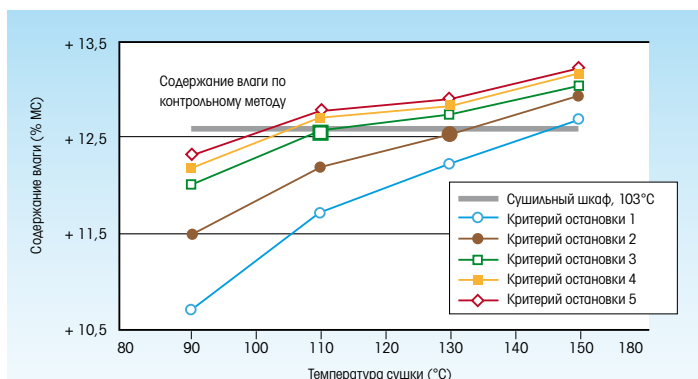
- Уменьшите массу образца.
- Увеличьте площадь поверхности образца.
- Используйте программу быстрой сушки, если влаги больше 30%.
- Можно применять ступенчатую сушку с помощью HR83 так же, как ускоренную сушку. Преимущество этого процесса заключается в том, что вы можете выбирать температуру и период увеличения по своему желанию.

### Тестовое измерение

Топовые модели HG63 и HR83 имеют функции тестового измерения и AutoMet (только HR83). Эти вспомогательные функции помогают находить подходящий критерий остановки. Выберите температуру и объем образца



для сушки и проведите тестовое измерение. В выводимом на печать отчете указывается, когда был выполнен каждый из критериев остановки, а также результат измерения на тот момент времени. Если провести это тестовое измерение при разных температурах, можно установить подходящий критерий остановки для конкретной температуры, при которой достигается контрольное значение (см. график).



В данном случае тестовые измерения проводились с мукой мелкого помола и при 4 разных температурах, и сравнивались результаты для критериев остановки в зависимости от температуры сушки. Цель — достичь контрольного значения для определения с помощью сушильного шкафа при температуре 103°C. Легко заметить, что температура 90°C будет слишком низкой, а 150°C — слишком высокой. Точки, в которых пять кривых пересекаются с контрольными линиями, показывают возможные значения для сочетания температуры и критерия выключения. Возможные значения, например, 110°C с критерием остановки 3 или 130°C с критерием остановки 2. Критерии остановки 3 и 4 обычно дают результаты, которые легко воспроизвести. Критерий остановки 2 следует использовать только в случае, если фактор времени важнее, чем воспроизводимость.



## Тестовое измерение AutoMet (только HR83)

Тестовое измерение AutoMet представляет собой дальнейшее развитие тестового измерения. С помощью этой функции можно использовать клавишу «Target» для ввода контрольного значения, после чего прибор автоматически установит подходящий критерий остановки для выбранной температуры. В этой точке результат измерения будет наиболее точно совпадать с контрольным значением. Это свободный критерий остановки «F». Тестовое измерение AutoMet допускает критерий остановки F только в том случае, если тенденция высыхания позволяет ожидать точного определения содержания влаги. Поэтому диапазон для критерия остановки F ограничен значениями 1 мг/20 секунд и 1 мг/180 секунд.

**Совет:** Поскольку тенденции высыхания могут слегка различаться при одной и той же температуре (распределение образцов, вес образца), повторите тестовое измерение AutoMet для разработки методики. Рассчитанное по итогам этих процессов среднее значение можно сохранить в качестве критерия остановки F, соответствующего именно этому методу.

**Примечание.** Если искомое значение достигнуто, а критерий остановки все еще находится за пределами диапазона 1 мг/20-180 секунд, значит, вы не выбрали оптимальную температуру. Если F ниже 1 мг/20 секунд, уменьшите температуру. Если F выше 1 мг/180 секунд, либо критерий остановки 5 обеспечит хорошую аппроксимацию, либо можно повысить температуру сушки. Если искомое значение достичь не удастся, может помочь увеличение температуры сушки.

---

### 3.3.2. Особые образцы

Некоторые образцы требуют особой процедуры для быстрого и корректного определения содержания влаги. В данном разделе приведена информация о том, как работать с такими образцами, чтобы оптимизировать эту процедуру.

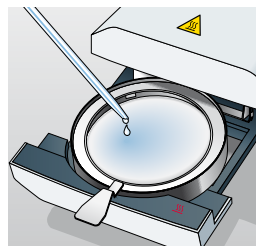
#### Пастообразные, жирные и плавящиеся образцы

- Используйте стекловолоконный фильтр, чтобы увеличить площадь поверхности образцов.
- Взвешайте фильтр с чашкой для образца, а затем поместите на него образец.

Содержащаяся в веществе жидкость будет равномерно распределена в капиллярах по всей площади фильтра. Это увеличивает площадь поверхности образца и влага будет испаряться быстрее, легче и до конца.

#### Жидкие и очень влажные образцы

- Используйте стекловолоконный фильтр.
- Взвешайте фильтр с чашкой для образца, а затем поместите на него образец.
- Для образцов с очень высоким содержанием влаги ( $> 30\%$ ) подходит быстрая сушка. В этом процессе заданная температура превышает на 40% в течение 3 минут, чтобы ускорить процесс измерения.
- В качестве альтернативы быстрой сушке может использоваться ступенчатая сушка (только для HR83). В этом случае длительность повышения температуры и температура задаются пользователем.



## Содержание влаги < 1%

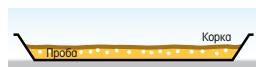
Из-за поверхностного натяжения жидкие образцы часто формируют капли на чашке для образца. Это препятствует процессу быстрой сушки, поскольку испарение происходит с ограниченной площади поверхности. Использование стекловолоконного фильтра распределяет образец на большой площади. Это часто сокращает длительность измерения более чем вдвое, а также улучшает воспроизводимость.

### Образцы с очень низким содержанием влаги

- Используйте достаточно большую навеску образца (например, 20–30 г).
- Если влага выходит очень медленно, используйте критерий остановки 5 (1 мг/140с).
- Используйте высокое разрешение (0,1 мг) (только для HR83).
- Используйте поддержание температуры в режиме ожидания (только для HR83).
- Подогрейте чашку для образца в течение 1 минуты при температуре ожидания, а затем взвешайте. Это улучшит воспроизводимость результатов.

### Образующие пленки и чувствительные к температуре вещества

- Выберите программу плавной сушки.
- Используйте стекловолоконный фильтр (взвешайте фильтр вместе с чашкой для образца, а затем накройте образец этим фильтром сверху).



Теперь образец закрыт стекловолоконным фильтром и поэтому экранирован от инфракрасного излучения для предотвращения подгорания. В результате образец нагревается более плавно. Использование плавной сушки (медленного нагревания до заданной температуры) усиливает данный эффект. Мы также рекомендуем этот процесс для веществ, покрывающихся пленкой или коркой, поскольку пленка или корка мешают испарению влаги. Образование корки предотвращается накрыванием образца стекловолоконным фильтром и плавной сушкой.

---

## Образцы, содержащие сахар

- Выбирайте умеренную температуру. Образцы с высоким содержанием сахара будут карамелизоваться на поверхности (при температуре около 110°C), таким образом предотвращая выход влаги.
- Используйте плавную сушку.
- Наносите образец тонким слоем.

## Образцы с высоколетучими компонентами

- Работайте с ручным запуском.
- При необходимости используйте плавную сушку.
- Если пары токсичны, проведите анализ рисков и работайте в вытяжном шкафу.
- Если образцы или пары легко воспламеняются, проведите анализ рисков и, если необходимо, откажитесь от использования галогенного анализатора влажности для сушки.
- Стандартизируйте обработку образцов, чтобы улучшить воспроизводимость (период от взвешивания до начала измерения должен всегда быть постоянным).

Высоколетучие образцы, содержащие растворители (см. Информацию по технике безопасности, раздел 3.2.4 «Работа с образцами»), могут терять вес до начала процесса сушки. Это будет искажать результаты. Поэтому все образцы должны обрабатываться одним способом (например, с одной скоростью), чтобы любые отклонения оставались минимальными.

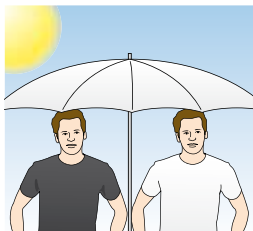
Быстрый нагрев и, соответственно, быстрое испарение образца могут также приводить к образованию конденсата под чашкой для образца. Используя ручной запуск или плавную сушку можно уменьшить уровень конденсации, а также избежать высокой концентрации летучих паров.



### Объемные или набухающие образцы

- Используйте чашку, предназначенную для объемных образцов (HA-CAGE)

Набухающие или объемные образцы, такие как текстильные материалы, могут давать неточные результаты измерения, когда они соприкасаются с окружающими деталями галогенного анализатора влажности. Мы рекомендуем использовать HA-CAGE для сушки таких образцов.



### Неравномерно окрашенные образцы

- Накройте образец стекловолоконным фильтром.

Из-за различий в характеристиках поглощения образец нагревается неравномерно в различных областях. Стекловолоконный фильтр обеспечит равномерный нагрев.

### Пластиковые гранулы

- Высокое разрешение (0,1 мг, только для HR83)
- Температура режима ожидания (100°C)
- Ступенчатая сушка (1-й шаг: 5 мин, 2-й шаг: 0 мин)
- Критерий остановки 5
- Вес образца 30 г
- Нагревайте алюминиевую чашку для образца в течение 1 минуты при температуре режима ожидания, а затем взвешивайте.

Пластиковым гранулам обычно требуется очень низкое содержание влаги (например, 0,1%) для обработки (например, для литьевой формовки). Поэтому для обеспечения хорошей воспроизводимости нужен большой вес образца (30 г). Поскольку пластик отдает влагу очень медленно, используется ступенчатая сушка. Образец нагревается в течение 5 минут первого шага, при этом критерий остановки еще не является активным. Второй шаг не нужен, поэтому его длительность устанавливается на

---

0 минут. Только когда эти два шага завершатся, активируется критерий остановки. Поэтому использование ступенчатой сушки предотвращает преждевременную остановку измерения.

### 3.4. Аттестация метода

Если вам необходимо продемонстрировать, что галогенный анализатор влажности дает те же результаты, что и стандартный метод, вам будет полезна следующая информация. Одна из возможных процедур представлена на примере этилцеллюлозы. В зависимости от отрасли требования проверки могут различаться.

1.) Вы проводите разработку методики и определяете параметры, которые позволяют правильно измерить содержание влаги в вашем образце. Другими словами, вы получаете правильные и точные результаты в сравнении со стандартным методом (в данном случае с методом с использованием сушильного шкафа).

	Метод сушильного шкафа согласно USP/Ph. Eur	Галогенный анализатор влажности HR83
Масса образца	1 г	1 г
Температура	105°C	105°C
Программа сушки	-	Стандартная
Критерий остановки	-	5
Содержание влаги		
(среднее значение, n = 6)	1,68%	1,68%
Стандартное отклонение	0,01%	0,03%

2.) Теперь проверьте линейность для выбранного диапазона.

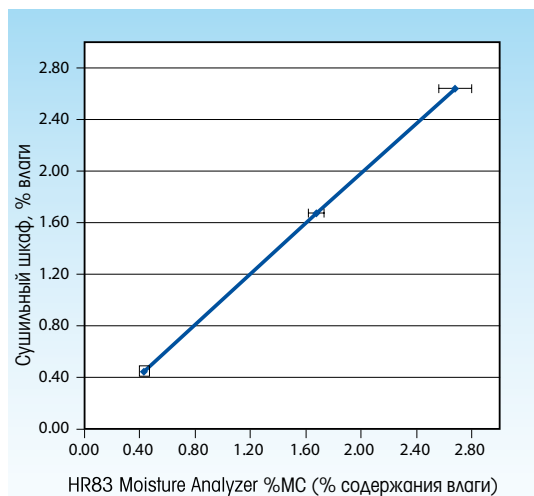
Здесь вам необходимо продемонстрировать, что галогенный анализатор влажности дает те же значения, что и стандартная процедура, даже если вещество обладает содержанием влаги, отличным от использованного при разработке методики.

Для этого подготовьте два образца с различным содержанием влаги. В данном случае, высушите этилцеллюлозу до содержания влаги 0,4% и увлажните ее до содержания влаги 2,6%.



Теперь измерьте содержание влаги в двух подготовленных образцах с помощью стандартного метода и методики, разработанной для галогенного анализатора влажности. Рассчитайте средние значения и стандартные отклонения для результатов этих процедур и оцените, попадают ли результаты в допустимые пределы. Вы можете нарисовать диаграмму, аналогичную приведенной ниже.

Проверочный график ясно демонстрирует, что результаты измерения влаги с помощью HR83 совпадают со значениями, полученными с использованием сушильного шкафа. Однако, эти результаты были получены быстрее почти в 10 раз.



### 3.5. Примеры применений

В таблице (пояснения можно найти на последующих страницах) приведены избранные методики из типичных отраслей, применяющих галогенный анализатор влажности. Другие методики, разработанные компанией МЕТТЛЕР ТОЛЕДО, вы сможете найти в нашей прикладной базе данных по адресу:

► [www.mt.com/moisture-methods](http://www.mt.com/moisture-methods)

#### Ссылка

	Контрольный метод	Подготовка образцов	Процедура	Вес образца, г	Температура, °С	Среднее значение, % влажности	Стандартное отклонение	Период измерения, мин.
<b>Фармацевтика</b>								
Этилцеллюлоза	TS	8	a	1	105	1,68	0,01	120
Кукурузный крахмал	TS	8	b	1	130	11,47	0,05	90
Желатин	TS	8	b	1	105	11,57	0,03	120
Оптимизир.желатин	TS	8	b	1	105	11,57	0,03	120
<b>Пищевые продукты</b>								
Яблочный сок	TS	9	a	10	103	88,94	0,05	180
Масло	TS	10	a	2	102	15,13	0,07	240
Говядина	TS	11	a	5	102	74,95	0,02	240
Рис	TS	12	a	5	131	11,29	0,10	90
Порошок какао	TS	13	a	5	102	3,02	0,01	240
Чипсы	TS	14	a	5	102	1,03	0,01	240
Нежирный сыр	TS	15	a	2,5	102	84,17	0,22	240
<b>Полимеры</b>								
РА66	KF	16	c	1	190	0,2024	0,007	40
ПЭТФ	KF	16	c	2	180	0,0501	0,001	40
ABS	KF	16	c	1	170	0,2416	0,001	40

TS: Сушильный шкаф    KF: Кулонометрическое титрование по методу Карла Фишера

Необходимо проверить приведенную ниже информацию и убедиться, что она соответствует вашим нуждам. Компания МЕТТЛЕР ТОЛЕДО не может контролировать использование приведенных примеров применения.

В связи с этим МЕТТЛЕР ТОЛЕДО не несет ответственность за использование методик. Следует учитывать информацию по технике безопасности.

## Галогенный анализатор влажности

Галогенный анализатор влажности	Подготовка образцов	Вес образца, г	Программа сушки	Температура, °C	Критерий остановки	Среднее значение, % влажности	Стандартное отклонение	Период измерения, мин.
HR83	1	1	STD	105	5	1,68	0,03	6
HR83	1	3	STD	130	5	11,81	0,05	8
HR83	1	4	STD	105	5	11,37	0,06	30
HR83	1	4	R	130	3	11,63	0,07	8
HB43-S	2	2	R	130	3	88,86	0,05	5
HB43-S	3	3	STD	110	3	15,11	0,09	5
HB43-S	4	3	STD	150	3	75,04	0,10	15
HB43-S	5	5	STD	150	3	11,34	0,08	15
HB43-S	1	1	STD	100	3	3,05	0,06	4
HB43-S	6	5	STD	135	3	1,06	0,03	6
HB43-S	1	2,5	R	130	3	84,17	0,05	15
HR83	7	30	ST	160	5	0,204	0,002	20
HR83	7	30	ST	160	5	0,048	0,002	9
HR83	7	30	ST	130	5	0,243	0,003	19

R: Быстрая сушка    STD: Стандартная сушка    ST: Поэтапная сушка

---

## Пояснения к предыдущей таблице

---

### Подготовка образца для анализатора влажности

- 1 Перемешайте образец, используйте шпатель, чтобы равномерно распределить его по чашке.
- 2 Перемешайте образец, нанесите его равномерно на стекловолоконный фильтр с помощью пипетки.
- 3 Позвольте образцу прогреться до комнатной температуры, распределите его равномерно по чашке для образца.
- 4 Гомогенизируйте образец, распределите его равномерно по фильтру, накройте вторым фильтром и слегка прижмите.
- 5 Измельчите образец, перемешайте, используйте шпатель, чтобы распределить его равномерно по чашке для образца.
- 6 Измельчите образец в ступке, используйте шпатель, чтобы распределить его равномерно по чашке для образца.
- 7 Перемешайте образец, распределите его равномерно по чашке для образца. Пошаговая сушка: 5 мин. при температуре сушки, 0 мин. при температуре сушки, конечная температура.

---

### Подготовка образца для контрольного метода

- 8 Взвесьте сосуд для взвешивания. Распределите образец по стеклу, взвесьте, затем поместите в сушильный шкаф.
- 9 Высушите металлическую чашку (8 см) вместе с 10 г песка, стеклянной мешалкой и крышкой в сушильном шкафу (103°C, 30 мин), охладите в эксикаторе, взвесьте. Перемешайте образец, добавьте с помощью пипетки, взвесьте, смешайте с песком, выпаривайте на водной бане в течение 30 мин.
- 10 Высушите металлическую чашку (5 см) вместе с крышкой в сушильном шкафу (102°C, 1 ч), охладите в эксикаторе, взвесьте. Позвольте образцу нагреться до комнатной температуры, перемешайте, добавьте, взвесьте.



- 
- 11 Высушите контейнер для взвешивания с 20 г песка, стеклянной мешалкой и крышкой в сушильном шкафу (102°C, 1 ч), охладите в эксикаторе, взвесьте. Гомогенизируйте образец, перемешайте, добавьте, взвесьте, смешайте с песком.
  - 12 Высушите контейнер для взвешивания с крышкой в сушильном шкафу (131°C, 1 ч), охладите в эксикаторе, взвесьте. Измельчите образец, перемешайте, добавьте, взвесьте.
  - 13 Высушите контейнер для взвешивания с крышкой в сушильном шкафу (103°C, 1 ч), охладите в эксикаторе, взвесьте. Перемешайте образец, добавьте, взвесьте.
  - 14 Высушите контейнер для взвешивания с крышкой в сушильном шкафу (102°C, 1 ч), охладите в эксикаторе, взвесьте. Измельчите образец в ступке, перемешайте, добавьте, взвесьте.
  - 15 Высушите контейнер для взвешивания с 10 г песка, стеклянной мешалкой и крышкой в сушильном шкафу (102°C, 1 ч), охладите в эксикаторе, взвесьте. Перемешайте образец, добавьте, взвесьте, перетрите с песком.
  - 16 Высушите флакон для образца в сушильном шкафу (100°C, 1 ч), оставьте охлаждаться в эксикаторе, взвесьте (тара). Добавьте образец и запечатайте флакон.

---

### Процедура

- a Высушите образец в сушильном шкафу в течение указанного времени, затем оставьте сосуд для взвешивания в эксикаторе, чтобы он охладился до комнатной температуры, и взвесьте.
- b Высушите образец в сушильном шкафу в течение указанного времени, оставьте охлаждаться в эксикаторе, взвесьте. Повторяйте процесс, пока вес не станет постоянным.
- c Вода выделяется из образца в сушильном шкафу при указанной температуре и переносится в ячейку для титрования потоком азота.

## 4. Обзор различных технологий для определения содержания влаги

Для определения содержания влаги были разработаны различные процессы измерения. В таблице ниже приведена подборка типичных технологий измерения и описаны преимущества и недостатки этих процедур.

	Сушильный шкаф*	Инфракрасная сушка	Галогенная сушка *	Микроволновая сушка
<b>Процедура</b>	Термогравиметрия	Термогравиметрия	Термогравиметрия	Термогравиметрия
<b>Метод измерения</b>	Нагревание образца конвекцией. Определение массы до и после сушки.	Нагревание за счет поглощения ИК излучения от металлического излучателя. Непрерывное определение массы в процессе сушки.	Нагревание за счет поглощения ИК излучения от галогенного излучателя. Непрерывное определение массы в процессе сушки.	Нагревание за счет поглощения микроволнового излучения. Определение массы до и после сушки.
<b>Преимущества</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Частая контрольная процедура</li> <li>Ровное распределение тепла по всему образцу</li> <li>Можно одновременно проводить измерения в нескольких образцах</li> <li>Возможна работа с образцами большого объема</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Малый период измерения {174}</li> <li>(обычно 5–15 мин.)</li> <li>Возможна работа с образцами большого объема</li> <li>Удобство в эксплуатации</li> <li>Компактный прибор</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Контроль температуры</li> <li>Ровное распределение тепла по всему образцу</li> <li>Превосходные начальные характеристики холода/тепла</li> <li>Быстрое измерение (3–10 мин.)</li> <li>Работа с образцами большого объема</li> <li>Компактный прибор</li> <li>Испарение других, помимо воды веществ</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Очень быстро (как правило, 2–5 мин.)</li> <li>Возможна работа с образцами большого объема</li> </ul>
<b>Недостатки</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Очень большой период определения (часы)</li> <li>Может испаряться не только вода, но и другие вещества</li> <li>Возможны ошибки в связи с большим количеством манипуляций</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Может испаряться не только вода, но и другие вещества</li> <li>Трудно контролировать</li> </ul>		<ul style="list-style-type: none"> <li>Не подходит для веществ с низким содержанием влаги</li> <li>Умеренный контроль температуры</li> <li>Может испаряться не только вода, но и другие вещества</li> </ul>

<b>Титрование по методу Карла Фишера*</b>	<b>Гидрид кальция</b>	<b>Микроволновая спектроскопия</b>	<b>Инфракрасная спектроскопия</b>	<b>Рефрактометрия*</b>
Химическая промышленность	Химическая промышленность	Спектроскопия	Спектроскопия	Оптический
Йод титруется и расходуется в присутствии воды. Этот расход йода пропорционален содержанию воды в образце.	Водород выделяется в присутствии воды. Объем водорода пропорционален объему воды и может быть измерен по изменению давления или с помощью водородного электрода.	Измерение поглощения/отражения микроволнового излучения	Измерение поглощения/отражения ИК излучения	Измерение коэффициента преломления
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Контрольная процедура</li> <li>• Избирательный к воде</li> <li>• Подходит для чрезвычайно низких уровней влажности</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Избирательный к воде</li> <li>• Умеренно быстрый (15–30 мин.)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Очень малое время измерения (менее 1 мин.)</li> <li>• Возможно оперативное измерение</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Очень малое время измерения (менее 1 мин.)</li> <li>• Возможно оперативное измерение</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Быстрая процедура</li> <li>• Небольшое усилие</li> <li>• Мобильный</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Нужны реактивы и лаборатория</li> <li>• Химическая процедура с жидкими реактивами (нужен обученный персонал)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Склонен к неправильной работе</li> <li>• Нужен реактив</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Требуется калибровка по веществу</li> <li>• На это влияет: объемная плотность и размер зерна</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Требуется калибровка по веществу</li> <li>• Только измерение поверхностной влаги</li> <li>• Зависит от температуры и размера зерна</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Подходит только для нескольких веществ (например, растворов сахара)</li> </ul>

\* Имеются приборы METTLER TOLEDO.

---

## 5. Технические термины

**Влага (влагосодержание):** В термогравиметрических процессах влага материала включает все вещества, испаряющиеся во время нагревания, и, следовательно, вносящие свой вклад в потерю материалом массы. Наряду с водой она может также включать спирт или продукты разложения. При использовании термогравиметрических методов измерения нет различий между водой и высоколетучими компонентами.

**Содержание сухих веществ:** Твердая часть смеси, состоящей из твердых и жидких веществ, в отношении к полной массе смеси.

### **Термогравиметрия/термогравиметрическое определение влаги:**

Термогравиметрические процессы — это методики взвешивания-сушки, при которых образцы высушиваются до постоянной массы (или заданного времени). Потеря массы интерпретируется как выделенная влага.

Примечание. Если вещества содержат другие летучие компоненты помимо воды, результаты измерения не должны описываться как содержание воды. Однако, если вы узнаете содержание воды в таком образце (например, с помощью селективного титрования по методу Карла Фишера), вы сможете определить это значение, используя термогравиметрический процесс (например, галогенное высушивание) и выбрав подходящие параметры сушки.

**Стандартная процедура:** Процесс измерения для определения содержания влаги, позволяющий отслеживать соответствие нормативам и стандартам. Различные компоненты (вода, другие летучие вещества) могут измеряться в зависимости от использованной стандартной процедуры.

**Метод с использованием сушильного шкафа:** Термогравиметрический метод для определения содержания влаги в образце. Образец высушивается в сушильном шкафу в течение заданного периода времени при постоянной температуре. Процент содержания влаги определяется по разнице в весе до и после высушивания. Этот метод зачастую входит в законодательные нормы (нормативы на пищевые продукты, USP1) и т.д.)

**Степень высухания:** Степень высухания образца — это определенное уменьшение веса ( $\Delta g$ ) в течение заданного периода времени (критерий остановки); предполагается, что начальная масса всегда одинакова.

<sup>1)</sup> Фармакопея США (USP): Анализ потери массы при высушивании [USP<731>]



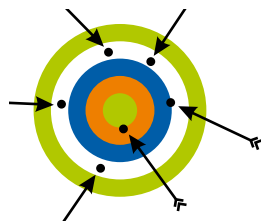
---

**Методика:** Методика описывает получение корректного результата. Она содержит все необходимые шаги проведения измерения.

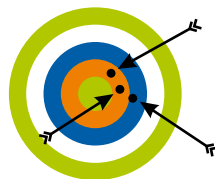
**Инфракрасное излучение:** Инфракрасные лучи — это электромагнитные волны (от 780 нм до 1 мм), которые следуют за видимым светом в электромагнитном спектре. Люди не видят эти лучи, но ощущают их как тепло.

**Корректность:** Качественный термин, описывающий оценку систематического отклонения измерений. Степень соответствия ожидаемого значения (среднего значения) из серии измеренных значений истинному значению измеряемого объекта ([ISO<sup>2)</sup> 5725] 3.7).

Примечание. Корректность может оцениваться только в том случае, когда есть несколько измеренных значений, а также признанное корректное значение для сравнения.



**Точность:** Качественный термин, описывающий оценку среднего отклонения измерений. Степень соответствия друг другу независимо измеренных значений, полученных при фиксированных условиях ([ISO2] 5725] 3.1.2). Точность зависит только от распределения случайных отклонений и не относится к истинности значения измеряемой переменной.



Пример: Способность измерительного прибора выдавать измеренные значения с редкими отклонениями.

Примечание. Точность может оцениваться только при наличии результатов нескольких измерений.

**Воспроизводимость:** Степень соответствия друг другу результатов серии измерений одного количества, выполненных при одинаковых условиях.

Серия измерений должна выполняться одним оператором, с использованием одной методики, в одной позиции на подложке (чашке для образца), в одном месте установки, при неизменных условиях окружающей среды и без прерываний. Стандартное отклонение серии

<sup>2)</sup> ISO — Международная организация по стандартизации

измерений является подходящей характеристикой для выражения значения воспроизводимости. На воспроизводимость могут влиять условия окружающей среды (сквозняки, флуктуации температуры, вибрации), тип образца и последовательность подготовки образцов.

Среднее значение:

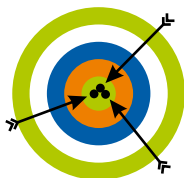
$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

$x_i$  =  $i$ -й результат в серии

$n$ : число измерений, обычно 10

Стандартное отклонение  $s$  используется как мера воспроизводимости.

$$s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$



**Достоверность:** Качественное описание степени приближения результатов измерений к стандартному значению, которое может быть истинным или ожидаемым значением в зависимости от принятого определения или соглашения [DIN<sup>3)</sup> 55350-13].

Достоверность в последовательных измерениях требует корректности и точности. Это не обязательно относится к отдельному измерению.

**Воспроизводимость:** Степень соответствия между измеренными значениями одной переменной, даже если индивидуальные измерения выполнены при различных условиях (которые заданы), в отношении:

- процесса измерения
- наблюдателя
- измеряющего устройства
- места проведения измерения
- условий использования
- времени

<sup>3)</sup> DIN Немецкий институт стандартизации

---

**Квалификация оборудования (EQ):** Проверка и документация пригодности используемого оборудования и технологии для предполагаемых целей. Квалификация оборудования (EQ) включает следующие этапы: квалификация дизайна (DQ), квалификация установки (IQ), квалификация функционирования (OQ), квалификация эффективности (PQ) и квалификация обслуживания (MQ).

DQ: Определение требований к спецификациям оборудования и документирование процесса принятия решений.

IQ: Проверка и документирование того, что поставленное оборудование соответствует заказанным спецификациям, и что оборудование установлено корректно, а окружение пригодно для эксплуатации.

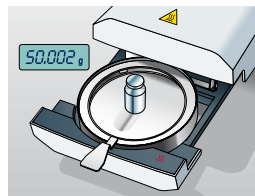
OQ: Документирование функциональности оборудования в соответствии с заданными спецификациями.

PQ: Документирование того, что оборудование удовлетворяет требованиям и спецификациям для повседневной эксплуатации.

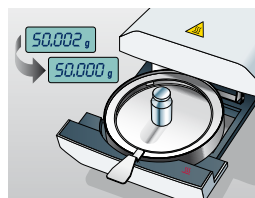
MQ: Описание и документирование всех мер, необходимых для планового обслуживания, периодического калибрования, ухода за оборудованием и обучения пользователей.

**Аттестация:** Обеспечение и документирование доказательств того, что устройство (или методика) обеспечивают ожидаемый результат.

**Проверка:** Определение отклонения между измеренным значением и истинным значением измеряемой переменной при заданных условиях измерения без внесения каких-либо изменений (калибровок).



**Калибровка:** Регулировка измерительного устройства таким образом, чтобы измерение было корректным: Вначале отмечается отклонение между измеряемым значением и истинной величиной (проверка), затем выполняется соответствующая калибровка.



---

## 6. Алфавитный указатель

### **А**

AutoMet 24

### **І**

IPac 12

### **L**

LabX 20

### **A**

Абсорбция 6, 36

### **B**

Влажность воздуха 9

Выравнивание 11

### **Г**

Галогенная технология высушивания 36

Галогенное облучение 3, 5

Гидрид кальция 37

Горение 26

### **Д**

Декларация безопасности 14, 20, 27

### **Ж**

Жидкости 15, 25

### **З**

Забор образцов 15, 19, 22

### **И**

Инфракрасная спектроскопия 37

Инфракрасная сушка 5, 36

Инфракрасные лучи 5, 6

### **K**

Калибровка 12, 13, 41

Квалификация 12, 41

Контрольная процедура 4, 18, 19, 36, 38

Кривая сухости 20, 21

Критерий остановки 7, 22, 24

### **M**

Методика 18, 19, 30, 32, 39

Методы проверки пригодности 30

Микроволновая спектроскопия 37

Микроволновая сушка 36

### **O**

Объем образца 7, 14, 16, 17, 22

### **П**

Подача образцов 16, 27, 39

Примеры применения 32

Проверка пригодности 30, 41

### **P**

Работа с образцами 14, 18, 19

Рабочее помещение 9

Разложение 21, 38

Разработка методик 18, 19, 24, 30

---

Регулировка 11, 13, 41  
Рефрактометрия 37

## **С**

Свет 10  
Содержание влаги 3, 5, 16, 26, 38  
Содержание сухих веществ 38  
Стол для взвешивания 8  
Сушильный шкаф 4, 6, 18, 19, 20, 30, 32,  
36, 38

## **Т**

Температура 6, 9, 14, 18, 20, 23, 24  
Термогравиметрия 3, 5, 36, 38  
Тестовое измерение 22  
Техническое обслуживание 13, 41  
Титрование по методу Карла  
Точность 18, 22, 39

## **У**

Уровень сухости 7, 38  
Установка 8, 19, 41  
Уход 13, 41

## **Ф**

Фильтр из стекловолокна 15, 25, 26, 28  
Фишера 32, 37, 38

## **Ч**

Чашка для образца 14

---

## 7. Литература

**Berliner M. A.**, Feuchtemessung, VEB Verlag Berlin, 1980

**Krahl T.**, Schnellbestimmer für Materialfeuchte und Wassergehalt, Goltze, Göttingen, 1994

**Lück W.**, Feuchtigkeit. Grundlagen, Messung, Regelung, Oldenbourg Verlag, Munich, 1964

**Nater R., Reichmuth A., Schwartz R., Borys M., Zervos P.**, Wägelexikon, Springer Verlag 2008

**Schubnell M.**, Methodenentwicklung in der thermischen Analyse: Teil 1,  
UserCom 1/2005, METTLER TOLEDO, 2005

**Schubnell M.**, Methodenentwicklung in der thermischen Analyse: Teil 2,  
UserCom 2/2005, METTLER TOLEDO, 2005

**Wagner M.**, Bestimmung der Adsorption/Desorption von Feuchtigkeit und pharmazeutischen Substanzen,  
UserCom 1/2005, METTLER TOLEDO, 2005

**Wernecke R.**, Industrielle Feuchtemessung, Wiley, Weinheim, 2003

Schweizerisches Lebensmittelbuch, Bundesamt für Gesundheit, Abteilung Lebensmittelsicherheit, Berne

Wägefibel, Richtiges Wägen mit Laborwaagen, METTLER TOLEDO, 2008

Methoden der Feuchtegehaltsbestimmung, METTLER TOLEDO, 2002

Validation of Titration Methods, METTLER TOLEDO, 1997

Guidelines for Result Check, Method Validation and Instrument Certification, METTLER TOLEDO, 1997

## 8. Принадлежности



	Номер для заказа МТ	Примечания
<b>НВ43-S / HS153 / HX204</b>		
<b>Работа с образцами</b> (Ø 90 мм)		
Алюминиевая чашка для образцов, HA-D90	00013865	комплект из 80
Профессиональная алюминиевая чашка для образцов (упрочненная)	11113863	комплект из 80
Грузоприемная чашка из ткани, HA-CAGE (золотая клетка для объемных образцов)	00214695	1 штука
Диски из стекловолокна, HA-F1	00214464	комплект из 100
<b>Принтер</b>		
Принтер HA-P42 с интерфейсом RS232	00229265	
Принтер RS-P25	11124300	
Бумага для принтера	00072456	5 рул. в компл.
Бумага для принтера (самоклеящаяся)	11600388	3 рулона в комп.
Красящая лента для принтера, черная	00065975	комплект из 2
<b>Управление качеством</b>		
Сертифицированный набор для калибровки температуры (для HX/HS)	30020851	
Сертифицированный набор для калиб. температуры (для НВ43-S/MJ33)	00214528	
Эталонное вещество cSmartCal, (серт., 24 шт. в комплекте)	30005791	
Эталонное вещество cSmartCal, (серт., 12 шт. в комплекте)	30005793	
Эталонное вещество SmartCal, (24 шт. в комплекте)	30005790	
Эталонное вещество SmartCal, (12 шт. в комплекте)	30005792	
StarterPac cSmartCal (все принадлежности, протоколы и 12 тестов)	30005918	
Пинцет	11116540	
<b>Принадлежности</b>		
Защитный чехол для терминала HX/HS	30003957	1 штука
Защитный чехол, стойкий к химическому воздействию, НВ43-S	11113363	2 в комплекте
Стойка для терминала, HX/HS	30018474	1 штука
Пылевой фильтр, HX/HS	30020838	комплект из 50

**Mettler-Toledo AG**

Laboratory & Weighing Technologies

CH-8606 Greifensee, Switzerland

Тел.: +41-44-944 22 11

Факс: +41-44-944 30 60

[www.mt.com/moisture](http://www.mt.com/moisture)

Дополнительная информация

Возможны технические изменения

© 07/2013 Mettler-Toledo AG

Отпечатано в Швейцарии 30087428