

První poznatky při stanovení vlhkosti organického materiálu pomocí neutronů

ALICE DOLEŽALOVÁ, HANA VRTELOVÁ, Výzkumný ústav pivovarský a sladařský, pracoviště Brno

663.439.1:543.812

Znalost obsahu vlhkosti v materiálu je z hlediska výrobního i komerčního velmi důležitá, a to v jakémkoli průmyslovém odvětví. Nový způsob výroby, mechanizace a automatizace nutí k změně způsobu stanovení vlhkosti, aby její určení bylo rychlé a plynulé a mohlo být popř. zapojeno do automatických postupů tak, aby dovedlo signalizovat změny ve výrobě.

Důležitost vlhkosti ve sladařské výrobě je velká, neboť od příjmu prvního vagónu ječmene až po poslední vagón sladu musí jak technolog, tak i ekonom vědět, kolik vody v zrnu je. Tím se řídí způsob uskladnění, způsob výroby, jakost výrobku, ekonomické podmínky výroby a konečně výrobní a prodejní cena sladu.

Dosavadní způsob stanovení vlhkosti vážkovou metodou je sice způsob klasický a vzhledem k metodě samotné způsob velmi přesný, i když tato otázka je poněkud sporná, ale pro výrobu nepřilíš vyhovující. Jakékoli zrychlení není možno upravit tak, aby byla vlhkost stanovena okamžitě v určitém stadiu. Pracuje se totiž s materiálem biologickým, jehož stav se hodinu od hodiny mění a s materiálem tak nehomogenním, že malé množství vzorků odebrané pro vážkové stanovení nemůže v žádném případě reprezentovat vzorek celkový, i když se k odběru použije sebelepší metodiky. Kromě toho jde vždy o stanovení diskontinuální.

Otázka použití vhodné metody zůstává vlastně stále otevřena a je předmětem mnoha prací, protože její vyřešení přinese zdokonalení výrobního postupu a usnadní řízení výroby i zvýšení ekonomičnosti provozu.

Z fyzikálních metod, které mohou sloužit k rychlému stanovení vlhkosti jsme vybrali na základě orientačních zkoušek metodu neutronového stanovení vlhkosti. Tato se již bohatě uplatnila u sypkých hmot anorganického charakteru. Podstatou neutronového měření vlhkosti je využití jevu zpomalování neutronů při jejich interakci se hmotou. Prochází-li neutron hmotou, podléhá pružným i nepružným srážkám, při nichž klesá energie neutronů a zpomaluje se. Zpomalovací schopnost prvků závisí na atomové hmotě a max. hodnoty 1 se dosáhne při atomové hmotě 1, tj. tedy u vodíku. S rostoucí atomovou hmotou zpomalovací schopnost klesá a např. pro Si, s atomovou hmotou 28 je to 0,07.

Protože máme co činit s nepřetržitým procesem zrodu, zpomalování, difúze a zániku neutronů, vytváří se za určitých, neměnicích se podmínek určité stacionární prostorové rozdělení termálních neutronů, dané závislostí jejich hustoty (neutron/cm^3) na vzdálenosti od zdroje rychlých neutronů. Změnil-li se moderační schopnost látky obklopující např. neutronový zdroj, změní se v nepřilíš vzdáleném okolí zdroje i hustota termálních neutronů.

Chemické složení materiálů, přicházejících v úvahu pro měření vlhkosti, je však takové, že změna jejich moderační schopnosti může souviset pouze se změnou obsahu vodíku, a to nejčastěji znamená změnu objemové vlhkosti. Měřili-li se v určité konstantní vzdálenosti od zdroje množství termálních neutronů, lze každé zjištěné hodnotě přiřadit příslušnou vlhkost.

Metoda neutronového měření vlhkosti se vyvíjí již mnoho let. Jde však především o problematiku zeminářskou, keramických hmot, písku nebo obecně práškových hmot. Rovněž v ČSSR byla jmenované měřicí metodě věnována pozornost. Jsou to především práce provedené ve Výzkumném ústavu stavebních hmot (VÚSH) v Brně, které podávají velmi podrobný přehled o rozvoji metody neutronového měření vlhkosti. Na základě jejich prací a spolupráce jsme konali provozní zkoušky.

Metodika vypracovaná pro anorganický materiál však narazila v našem případě na četné překážky, s nimiž jsme nepočítali a které si nutně vyžádaly změny ve zkouškách a znemožnily aplikovat již vypracovanou metodu s používanými přístroji. Vlhký slad z hlediska neutronového měření vlhkosti se zásadně liší od běžně se vyskytujících anorganických materiálů tím, že vedle vodíku v molekulách vody obsahuje značné množství chemicky vázaného vodíku přímo v základní organické hmotě. Navíc zbytek organické hmoty tvoří prakticky pouze další lehké prvky jako C, O, N.

Tak jak se odlišuje po chemické stránce slad od hmot, na nichž se neutronová metoda měření vlhkosti většinou zkoušela, tak jsme odlišili i konečný cíl pokusů. Bylo-li cílem dosavadních aplikací metody, týkající se anorganických hmot, stanovení celkové chyby měření, bylo naším cílem pouze ověřit možnost použití metody, tj. vyřešení daného problému po kvalitativní stránce. Cíl zkoušek nemohl být pro začátek stanoven jinak, neboť vzhledem k chemické a fyzikální skladbě vlhkého sladu bylo nutno předpokládat tyto podmínky měření:

a) mimořádně vysoké pozadí související se skutečností, že přítomnost 0,1 % hmot. H je co do moderačního účinku prakticky ekvivalentní 1 % hmot. vody,

b) změny měřeného objemu materiálu, doprovázené změnami poměru množství H vázaného ve vodě k množství H v sušině, související se sumárním výsledkem dvou současně probíhajících procesů — únikem vody a kontrakcí vrstvy vysušením.

Z hlediska neutronového měření vlhkosti sladu, což je v podstatě zjišťování moderační schopnosti různé vlhkého sladu, má kontrakce vrstvy velmi nepříznivý vliv. Prostor uvolněný unikající vodou se znovu částečně zaplňuje materiálem obsahujícím vodík a již malé relativní změny moderační schop-

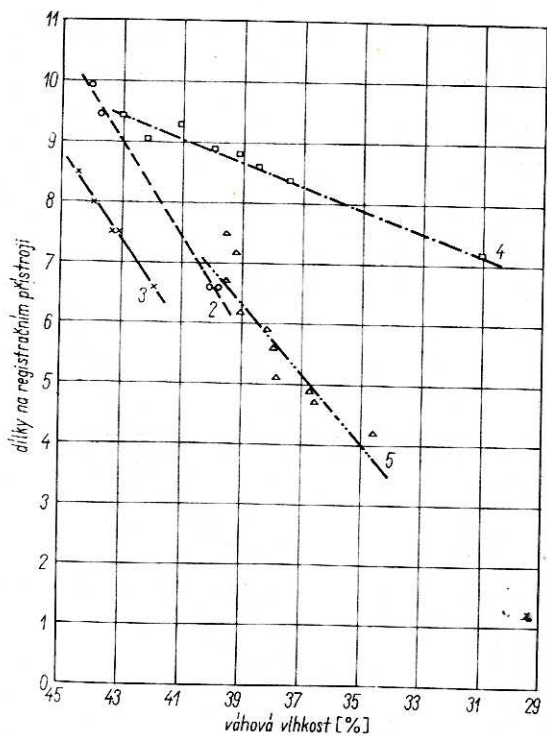
nosti se tak dále zmenšují. Navíc změny měřeného objemu nemusí být z různých důvodů (velikost kořínků, výška nastřené vrstvy aj.) reprodukovatelné. Při kvantitativním přístupu k problému se zatím neřešilo zajištění reprodukovatelnosti objemových změn, které je nutným předpokladem kvantitativního měření, zjišťovalo se pouze zda výsledné změny moderační schopnosti sladu při jeho sušení jsou natolik velké, že dávají předpoklady k dosažení požadované přesnosti stanovení.

V minulém roce jsme uskutečnili pokusy přímo v provozu. Použili jsme neutronového regulačního vlhkoměru vyvinutého ve spolupráci VÚSH v Brně a Vývojového automatizačního střediska stavebních závodů v Praze. Přístroj se vyznačuje jednoduchou detekční technikou, která je předpokladem dobré stability a provozní spolehlivosti přístroje. Dvoukanálové řešení s kompenzačním detektorem umožňuje používat běžně dostupné a jinak výhodné zdroje neutronů typu Po — Be bez ohledu na relativně malý poločas rozpadu Po^{210} .

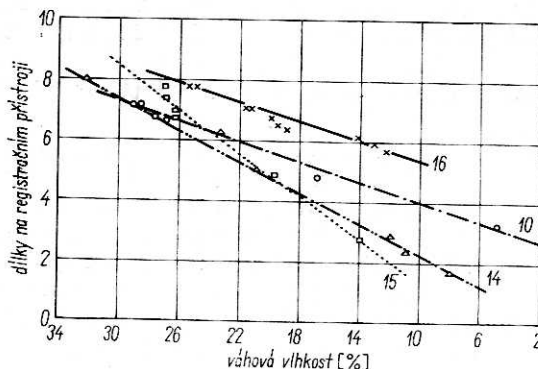
Vyhodnocování se provádělo na počítači impulzů, který byl konstrukčně přizpůsoben univerzálnímu regulačnímu systému, ± 10 V/1000 Ω . Toto přizpůsobení je vhodné jak pro samočinnou regulaci, tak pro připojení registračního přístroje.

Výrobní postup vzhledem ke kontrole vlhkosti můžeme rozdělit takto:

1. *Příjem ječmene* — podle obsahu vlhkosti se třídí ječmen, který lze přímo přejímat do sil a který se musí předsušovat — % vlhkosti 12 až 20.
2. *Kontrola vlhkosti v síle* — 12 až 14 %.
3. *Máčení ječmene* — 14 až 45 %.
4. *Klíčení* — obsah vlhkosti se pohybuje mezi 40 až 45 %.



Obr. 1



Obr. 2

5. *Hvozdění* — nejchoulostivější fáze výroby vzhledem k úbytku vlhkosti. Úbytek musí být v souladu s růstem teploty a prostupem vzduchu. Snížení vlhkosti se pohybuje od 44 do 3 %.

6. *Hotový slad* — vlhkost důležitá pro expedici — 3 až 6 %.

Pro provozní zkoušky stanovení vlhkosti neutronovým měřičem byl vybrán nejnamáhavější úsek, tj. hvozdění sladu. Rozsah poklesu vlhkosti za 24 nebo 48 h je ze 43 na 3 %. Sledování a kontrola je provozně velmi důležitá, ovšem značně snížená je přesnost. Rozdílnost obsahu vlhkosti jednotlivých vrstev od spodní k horní (a rozdíly např. v rozmezí 10 cm) jsou velmi markantní a činí 5 i více %. Rovněž pro sondu byla tato část provozu nejnáročnější, protože zvyšující se teplota na hvozdě dosahuje konečné hodnoty 80 °C.

Vlhkost se měřila na horní i dolní lísce při sušení 2 × 24 h. Prostup vzduchu nebyl po celé ploše stejný a byla místa, kde bylo odsoušení rychlejší a opět místa „mrtvá“, kde sušící proces se vyrovnával.

Po předběžném vyzkoušení bylo vybráno místo asi 2 m od středu lisky, kde hvozdění probíhalo za optimálních podmínek. Sonda byla volně zasypána nastřeným zeleným sladem. Pokles vrstvy za 24 h byl minimální, neboť hvozděný slad se neobracel, a tím si zachoval svoji původní výšku.

Umístění detektoru na dolní lísce bylo komplikováno tím, že vrstva sladu byla každé 2 h obrácena. Toto obracení by při nynějším provedení sondy nebylo možné. Sonda byla umístěna ve vzdálenosti 2 m od okraje čela lisky a pro obraceč se posunula zarážka, takže se vrstva kolem sondy neobrácela.

Vzhledem k poměrně vysoké teplotě prostředí v němž probíhalo měření, bylo nutno čidlo na dolní lísce chladit. Z tohoto důvodu byly emiterové sledovače vyjmuty z ochranného pláště a umístěny v umaplexovém pouzdře nad měřenou vrstvou a a obě části se profukovaly nepřetržitě vzduchem z kompresoru.

Srovnávací hodnoty vlhkosti při sušení na horní i dolní lísce se kontrolovaly klasickou vázkovou metodou. Vzorky se odebíraly v časových intervalech, odpovídajících jednotlivým měřením v průběhu celého sušícího cyklu. Pro odběr se používaly vzorkovací tyče, a to tak, že vzorek se odebral z několika míst kolem měřicí sondy.

Odběr kontrolních vzorků vzorkovadlem byl snadnější a přesnější, ale přesto nedával dokonalý obraz skutečné vlhkosti. To se ukázalo při spuštění sladu s vyšší vlhkostí na dolní lísku (přes 30 %), kdy neutronový měřič zaznamenal zvýšení vlhkosti na horní lísku na počátku sušícího procesu, a to se nepodařilo tak dokonale zachytit vážkovou metodou. Z toho je vidět, že zásah lidské ruky má vliv i na metodu jinak velice přesnou a může zkreslit výsledky. Získané výsledky byly sestaveny do tabulek 1 a 2. Závislosti dílků registračního přístroje na váhové vlhkosti sladu jsou patrné z grafu na obr. 1 (horní líska) a obr. 2 (dolní líska).

Zhodnocení dosažených výsledků

Lze říci, že z hlediska vytčeného cíle bylo zkušební měření vlhkosti sladu úspěšné. Ukázalo se, že i přes nepříznivé chemické složení sladu, jeho fyzikální vlastnosti a z nich vyplývající nepříznivé procesy, doprovázející sušení, je signál neutronového vlhkoměru G140 pro stanovení vlhkosti sušeného sladu využitelný. Svědčí o tom skutečnost, že zaregistrované hodnoty u všech měření sledují linii výsledků gravimetrického stanovení vlhkosti. Zvláště je to patrné v začátcích některých měření, kdy bez ohledu na zahájení sušení, vlhkost vrstvy na horní lísku přechodně vrůstá.

Toto zjištění je o to cennější, že sledování proběhla ve skutečných provozních podmínkách, každý pokus trval přibližně 20 h, přitom v celkovém hodnocení jsou brány v úvahu výsledky, jichž bylo dosaženo v průběhu pětitédenního, vlastně nepřetržitého chodu přístroje.

Stanovíme-li z rozsahu naměřených hodnot celkovou chybu, zjistíme, že se pohybuje od $\pm 0,2\%$ do $\pm 1,7\%$. Na celkovou chybu při použitém způsobu jejího stanovení může mít vliv jedna nebo několik značně odchylných hodnot. Výskyt těchto odchylek a odlišnost průběhu závislosti nalezených při jednotlivých měřeních má původ v těchto skutečnostech:

Ve snaze získat optimální zápisy z měření byly na vlhkoměru upravovány podle potřeby nulové polohy (má vliv na velikost souřadnic — dílky registračního přístroje), citlivost (má vliv na strmost závislosti) a časová konstanta.

S cílem dosáhnout maximálního rozlišení byly odzkoušeny 3 geometrie měření, tj. tři různé způsoby uložení čidla ve vrstvě sladu.

Proměřovaný slad nebyl podroben stejnému předcházejícímu zpracování, neležel vždy v téže vrstvě. To všechno způsobovalo určitou chybu, související s tím, že měřený vzorek měl vždy jinou velikost.

Z technických příčin je zapotřebí jmenovat zejména nedostatečné chlazení čidla, které se kromě nestejného vlivu na výsledky měření projevilo poškozením i zničením čidla.

Je také nutné přihlídnout k chybám v odběru a vlastnímu gravimetrickému stanovení vlhkosti reprezentativního vzorku sladu, jehož výsledky byly brány jako absolutní. Tyto chyby souvisejí v menší míře s vážením a sušením, ale hlavně pak se způsobem a místem odběru.

Ověření možností použít neutronové metody pro měření vlhkosti sladu při jeho sušení bude možno

Tabulka 1

Číslo pokusu	Hodiny, ve kterých byla sledována vlhkost a dílky na registračním přístroji												
	10	12	14	16	18	20	22	24	2	3	4	5	6
10 dílky reg. přístroje % vlhkosti	67 26,9	72 29,0		68 27,8		68 27,6		53 17,0					33 5,0
14 dílky reg. přístroje % vlhkosti			80 32,4	63 23,6	50 21				29 12,1		23 11,6		17 8,0
15 dílky reg. přístroje % vlhkosti	78 27,0	74 27,0	70 26,4	68 26,4	49 19,8			27 14,0					
16 dílky reg. přístroje % vlhkosti	78 25,5	78 25,0	71 21,7	71 21,9	68 20,0	65 17,6	64 16,0	62 14,3	59 13,1	57 12,2			

Tabulka 2

Číslo pokusu	Hodiny, ve kterých byla sledována vlhkost a dílky na registračním přístroji												
	10	12	14	16	18	20	22	24	2	3	4	5	6
1 dílky reg. přístroje % vlhkosti	85 43,9	92	95	90	75 42,9	55	28						
2 dílky reg. přístroje % vlhkosti	98 44,2	100						94 43,8	92	90	85	66 40,2	66 39,8
3 dílky reg. přístroje % vlhkosti	85 44,6		80 44,0		75 43,2	75 43,4							66
4 dílky reg. přístroje % vlhkosti	94 43,0	94 43,1	90 42,3	93 41,3	89 40,0	88 39,6		86 38,5		84 37,5			72 31,2
5 dílky reg. přístroje % vlhkosti	75 39,6	72 39,3	67 39,6	62 39,2	59 38,4	56 38,0		51 37,9		49 36,8	47 36,6		42 34,7

považovat za uzavřené tehdy, podaří-li se připravit takové podmínky měření, při nichž jedné vlhkosti sladu by reprodukovatelně příslušela pouze jedna naměřená hodnota.

Přestože dosavadní zkoušky měly jen kvalitativní charakter, lze jejich výsledky vzhledem k tomu, že šlo o organický materiál, pokládat za úspěšné. Je třeba říci, že pokusy s neutrony s takovýmto materiálem jsou úplným začátkem, uvážíme-li že na problému u anorganického materiálu pracovala skupina výzkumníků šest let.

Podaří-li se daný problém vyřešit tak, aby odpovídal požadavkům na kontrolu vlhkosti při výrobě sladu, budou tato měření vlhkosti probíhat v provozu stejně průběžně, jako např. sledování teplot.

ОПЫТ ПО ПРИМЕНЕНИЮ НЕЙТРОНОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ В ОРГАНИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛЕ

Метод определения содержания влаги в органических материалах основан на принципе использования замедления нейтронов при их взаимодействии с массой. Метод оправдался и дает достоверные результаты при измерении влажности сыпучих и порошкообразных органических материалов. Экспериментально проверялась его применимость для измерений влажности солода в процессе сушки. Эксперименты дали ориентировочную информацию, показывающую реальную возможность применения соответственно модифицированного метода в пивоваренной промышленности в указанной области, т. е. для измерения влажности солода.

ERSTE ERKENNTNISSE ÜBER DIE EIGNUNG DER NEUTRONMESSUNG ZUR FEUCHTIGKEITSBESTIMMUNG IM ORGANISCHEN MATERIAL

Die Bestimmung des Wassergehalts mittels der Methode der Neutronenmessung ist auf der Erscheinung der Verlangsamung der Neutronen bei ihrer Interaktion mit der Materie begründet. Diese Methode, die sich bereits für schüttbare und pulverförmige Materiale bewährt hatte, wurde zur Feuchtigkeitsmessung im Malz beim Darren erprobt. Die Ergebnisse der Orientationsversuche zeigen, dass die Anpassung der Methode der Neutron-Feuchtigkeitsmessung den Eigenschaften des Malzes und den Produktionsbedingungen der Mälzereien zu erfolgreichen Applikationen führen könnte.

APPLICATION OF NEUTRON METHODS TO THE MEASUREMENTS OF MOISTURE CONTENT IN ORGANIC MATTERS

The so called neutron method of measuring moisture content in organic matters is based upon the phenomenon of the deceleration of neutrons through their interaction with mass. The method is well proven as far as loose or pulverized substances are concerned. Experiments carried out with malt indicate, that the method has certain advantages and — if duly modified — could be applied at breweries for measuring the moisture content of malt in drying kilns.

Literatura

- [1] Papež, K.: Výzkumný úkol IX-3/3-1. Výzkumný ústav stavebních hmot, 1931.
- [2] Papež, K.: Výzkumný úkol IX-3/3-1. Výzkumný ústav stavebních hmot, 1932.
- [3] Papež, K.: Výzkumný úkol IX-3/3-1. Výzkumný ústav stavebních hmot, 1933.
- [4] Papež, K.: Výzkumný úkol IX-3/3-1. Výzkumný ústav stavebních hmot, 1934.
- [5] Doležalová, A. - Vrtělová, H.: Výzkumný úkol R 8b, Výzkumný ústav pivovarský a sladařský, 1965.
- [6] Doležalová, A. - Vrtělová H.: Výzkumný úkol Ob6/1, Výzkumný ústav pivovarský a sladařský, 1966.
- [7] Přenosný přístroj na měření vlhkosti využívající ionizujícího záření = „Inform. zprávy o světové technice“, 5, 1963: 16.
- [8] Měření vláhly pomocí neutronové sondy. = „Zuckererzeugung“, 1, 1962: 23.
- [9] Valtěr, A. - Goldin, M.: Stanovení vláhly sypkých hmot metodou zpomalení neutronů. = „Referativnij žurnal — Fizika“, 12, 1960: 82.
- [10] Spicyn, V. J. - Kodočicov, P. N.: Metody práce s radioaktivními indikátory, Praha 1935.

Lektoroval Ing. Z. Šauer.

Došlo do redakce 27. 2. 1968.

