

Problémy měření obsahu vody (vlhkosti)

Brady Carter

Obsah vody je měřítkem množství vody v produktu. Výrazy obsah vody a obsah vlhkosti (vlhkost) se často vzájemně zaměňují. Obsah vody poskytuje hodnotnou kvantitativní informaci významnou z finančního hlediska. Navíc obsah vody poskytuje informaci o textuře vzorku, protože zvyšování obsahu vody zvyšuje mobilitu a snižuje teplotu skelného přechodu. Obsah vody a vodní aktivita společně podávají kompletní vodní analýzu. Vodní aktivita, která poskytuje informaci o kvalitě a bezpečnosti produktu, je často považována za mnohem složitěji měřenou veličinu, než obsah vody. Tato aplikační poznámka vám však objasní, proč nemusí být stanovení obsahu vody tak jednoduché, jak by se mohlo zdát.

Způsob uvádění výsledků

Pojem obsahu vlhkosti se zdá být poměrně jednoduchý. Vše, co je potřeba, je stanovení množství vody v produktu a porovnání s hmotností všeho ostatního v produktu. I když je to

teoreticky tak jednoduché, ukazuje se, že i tak jednoduchý pojem je ve skutečnosti nesmírně složitý proces, abychom získali skutečně přesné hodnoty měřeného obsahu vody. Například obsah vody lze udávat buď na mokré, nebo suché bázi. Pro mokrou bázi se množství vody dělí celkovou hmotností vzorku (pevné látky plus vody), zatímco u suché báze se množství vody dělí suchou hmotností (hmotností pouze pevných látek). Bohužel se v mnoha případech, kdy se udává obsah vody, nerozlišuje mezi těmito dvěma způsoby vyjádření výsledné hodnoty. Je to prostě označeno jako procento. Také obsah vody na suché bázi může ve skutečnosti vést k hodnotě vyšší než 100%, což může být matoucí. Naštěstí lze výsledky snadno převést mezi vlhkou a suchou bázi. Nicméně, může dojít k nejasnostem nebo případným problémům, když jsou uváděny výsledky vyjádřené v rozdílných bázích.

Metody měření

Komplikace nekončí se způsobem vyjádření výsledků. Pro stanovení obsahu vody v produktu je mnoho dostupných metod. AOAC (Association of Analytical Chemists, Sdružení analytických chemiků) uvádí seznam 35 různých metod pro měření obsahu vody. Jsou rozděleny na přímé a nepřímé metody. Přímé metody požadují odstranění vody z produktu sušením, destilací, extrakcí nebo jinou metodou a následně stanovení množství vody vážením nebo titrací. Přímé metody poskytují nejpřesnější výsledky, ale jsou obvykle pracné a časově náročné. Příklady přímých metod jsou: teplovzdušné sušení, vakuové sušení, vymrazování, destilace, titrace podle Karl Fischera, termogravimetrie, chemické sušení a plynová chromatografie.

Nepřímé metody neodstraňují vodu ze vzorku, ale místo toho měří nějakou vlastnost vzorku, která se mění v závislosti na změně obsahu vody. Toto jsou sekundární metody, které vyžadují kalibraci pomocí primární (přímé) metody. Jejich přesnost je limitována přesností primární metody. Nepřímé metody jsou obvykle rychlé a

vyžadují jen malou přípravu vzorku, ale jsou méně spolehlivé než přímé metody. Příklady nepřímých metod jsou: refraktometrie, IR absorpce, NIR absorpce, mikrovlnná adsorpce, dielektrická kapacitance, vodivost a ultrazvuková absorpce.

Další komplikací může být to, že jedna metoda nemusí nezbytně poskytovat stejné výsledky jako jiná metoda, takže jakékoliv srovnání je pak velmi obtížné. Dokonce ani přímé metody měření neposkytují konzistentní výsledky. Jakákoli metoda, která vyžaduje ohřívání vzorku (tj. úbytek sušením), může vést ke ztrátě organických těkavých látek nebo rozkladu vzorku (především u vzorků s vysokým obsahem cukru). Například, pokud jsou ve vzorku přítomny organické těkavé látky nebo pokud dochází během sušení k rozkladu vzorku, dává Karl Fischer titrace (která není náchylná ke ztrátě těkavých látek nebo rozkladu) odchylné hodnoty, než metody pracující s úbytkem hmotnosti při sušení.

Spolehlivost metody

Pečlivost při výběru metody pro analýzu obsahu vody ještě neznamená odstranění všech problémů. Vezměme

například metodu měření ztráty sušením. Tato metoda se zdá dostatečně jednoduchá. Vzorek se zváží a zaznamená se změřená hmotnost. Vzorek se pak přenesse do sušárny, nechá se uschnout, a změří se suchá hmotnost. Množství vody je stanoveno rozdílem počáteční hmotnosti a suché hmotnosti. Obsah vody je pak spočítán jako množství vody dělené suchou hmotností nebo celkovou hmotností (podle typu uváděného výsledku).

Zatímco metoda je jednoduchá, variant je mnoho. Za prvé, pojem "suché" nemá žádný skutečný vědecký význam a nikdy nebyl dobře definován. Místo toho musí být pro každý vzorek stanovena libovolná suchost, která je reprodukovatelná. Tento stav suchosti je často definován jako bod, kdy končí úbytek hmotnosti. Nicméně termogravimetrické grafy pro různé produkty naznačují, že teplota, při které dojde k ustálení úbytku, je pro každý produkt jiná, stejně jako je jiná doba potřebná pro dosažení "vysušení" při této teplotě. Také teplota potřebná k dosažení vysušení jednoho typu výrobku může být u jiného produktu teplotou rozkladu. To znamená, že každý vzorek má ideální teplotu sušení a dobu sušení. Ačkoliv je pro některé

produkty ideální kombinace čas/teplota znám z literatury, není k dispozici pro všechny typy výrobků, takže je obtížné stanovit, jakou kombinaci použít, pokud tyto informace nejsou k dispozici. A pokud není použita stejná kombinace času a teploty, neměly by být výsledné hodnoty srovnávány.

Další komplikací je, že mnohé pece nastavené na jednu konkrétní teplotu se může od této teploty lišit až o 15 °C a dvě pece nastavené na stejnou teplotu se mohou lišit až o 40 °C.

Další zdroje chyb jen pro metodu ztráty hmotnosti sušením zahrnují: tlak par v sušárně, přípravu vzorku, velikost částic, vážení vzorku a manipulace po sušení. Je zajímavé, že pokud je obsah vody uveřejněn v literatuře, je přes veškerá úskalí spojená se ztrátou sušením okamžitě akceptován jako správný. Kromě toho, když se srovnávají výsledky mezi metodami pro měření obsahu vody a jednou z těchto metod je ztráta sušením, vždy se předpokládá, že měření ztráty sušením je správné.

Co je to „suchý“?

Definování pojmu "suchý" by bylo užitečné při eliminaci některých

nedůsledností spojených s měřením obsahu vody. Nejlepší způsob jak definovat pojem „suchý“ by bylo stanovení vodní aktivity suchého stavu. Potom suchá hmotnost by byla hmotnost vzorku, když je dosaženo této vodní aktivity. Při běžných podmínkách okolí 25 °C a 30% relativní vlhkosti, sušárna nastavená na 95 °C vytvoří aktivitu vody a_w 0,01 uvnitř sušárny, za předpokladu, že tlak par v sušárně je stejný jako tlak vzduchu. Sušárna, která by udržovala takové podmínky, aby jeho vodní aktivita byla vždy 0,01 bez ohledu na okolní podmínky, by vytvořila vědecky "suchý" stav. Jakýkoli produkt by mohl být prohlášen za suchý, když by se v tomto typu sušárny ustálila jeho hmotnost. Jeho vodní aktivita by byla 0,01 a_w a jeho hmotnost by byla suchá hmotnost. Tlak par a teplota sušárny by mohly být nastaveny tak, aby se zabránilo úniku těžkých látek, dokud je aktivita vody v peci udržována na 0,01 a_w . Použití této metody by eliminovalo neshody pramenící z rozdílných metod a z absence definice pojmu „suchý“.

Závěr

Potenciální problémy spojené s použitím obsahu vody v produktu k vyjádření vlastností, které s obsahem vody nesouvisí (např. jestli je výrobek mikrobiálně bezpečný) jsou dobře zdokumentovány v několika aplikačních poznámkách firmy Decagon. Tato aplikační poznámka slouží k upozornění na to, že získání správných a konzistentních hodnot obsahu vody může být obtížné a obsah vody (vlhkost) nelze interpretovat bez dalších informací o metodách použitých k jeho stanovení.

Qi Analytical s.r.o.

Pod Karlovarskou silnicí 29

161 00 Praha 6

info@qia.cz

www.qia.cz