

WAŻENIE DOZOWANIE PAKOWANIE

kwartalnik techniczno-informacyjny

2/2025 (98)

Rok XXV
kwiecień-maj-czerwiec

ISSN 1732-2340
Indeks 374199
Cena **29 zł**
(w tym 8% VAT)



MIESZANY
Papier | Wspieranie
odpowiedzialnego leśnictwa
FSC® C193114



WAGA DYNAMICZNA DWM HPX

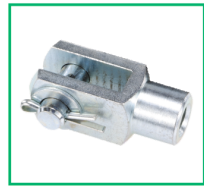
WYDAJNOŚĆ UNIWERSALNOŚĆ ważenia zastosowań

- Standardy higieny dla przemysłu spożywczego
- Precyzyjny pomiar z dokładnością **do 0,5 g**
- Bazy danych oparte o **system SQL**
- Duży **12" dotykowy wyświetlacz**
- Łatwy demontaż taśmy przenośnika i osłon wagi
- Zgodność z **HACCP, MID, OIML R51 i 21 CFR Part 11**
- Możliwość mycia **myjkami ciśnieniowymi**
- Współpraca z systemem bazodanowym **Radwag E2R**
- IP69K** dla transporterów
- Beznarzędziowy demontaż** taśm



Oprogramowanie **E2R Dynamiczne**
do wag **DWM HPX** i innych wag dynamicznych





www.norelem.pl

WAŻENIE DOZOWANIE PAKOWANIE

kwartalnik techniczno-informacyjny

KONTAKT DO REDAKCJI:

e-mail: redakcja.wdp@drukart.pl
www.wdp.com.pl

REDAGUJE ZESPÓŁ:

- Barbara Sabina
- Katarzyna Zając
- Ryszard Klencz

REDAKTOR WYDANIA:

Barbara Sabina
tel. +48 735 403 263
e-mail: redakcja.wdp@drukart.pl

REDAKCJA TECHNICZNA:

Grzegorz Drobny

PODSTAWOWA KOREKTA TEKSTU:

Ewa Halewska-Karaśkiewicz

RADA PROGRAMOWA:

- prof. dr hab. inż. Stanisław Tkaczyk
Przewodniczący Rady
- dr hab. inż. Waldemar Woźniak
- dr inż. Jacek Majewski
- mgr inż. Zbigniew Połomski
- dr inż. Paweł Zając
- dr hab. inż. Sabina Galus

WYDAWCA:

Industry Publisher spółka z ograniczoną odpowiedzialnością

SKŁAD:

Industry Publisher spółka z ograniczoną odpowiedzialnością

Redakcja nie odpowiada za treść ogłoszeń i nie zwraca materiałów niezamówionych.

Zastrzegamy sobie prawo skracania i adiustacji tekstów.

Przedrukowywanie materiałów lub ich części tylko za zgodą pisemną redakcji.

Szanowni Państwo!

Z przyjemnością przekazujemy w Państwa ręce drugi tegoroczny numer kwartalnika „Ważenie, Dozowanie, Pakowanie”. To wydanie stanowi szerokie spektrum aktualnych tematów, które kształtują kierunki rozwoju nowoczesnych zakładów produkcyjnych – zarówno od strony technologicznej, jak i organizacyjnej.

Na łamach tego numeru przyglądamy się m.in. systemom ważącym i znakującym, zautomatyzowanym rozwiązaniom transportującym i napędowym, a także procesom pakowania w warunkach podwyższonej higieny, które są szczególnie istotne w przemyśle spożywczym i farmaceutycznym. Dużo miejsca poświęcamy również robotyzacji, pakowaniu zbiorczemu oraz automatyzacji procesów technologicznych – czyli filarom nowoczesnej produkcji.

W tym wydaniu znajdą Państwo także artykuły o charakterze specjalistycznym. Omawiamy szybkie metody oznaczania zawartości wody w produktach tłuszczowych – temat ważny z punktu widzenia kontroli jakości i efektywności produkcji. Prezentujemy również nowoczesne techniki powlekania materiałów, mające wpływ na trwałość i funkcjonalność opakowań. Z kolei artykuł poświęcony cyfryzacji i ekologii w zakładach produkcyjnych pokazuje, że rozwój technologiczny i dbałość o środowisko mogą iść w parze.

Nie mogło zabraknąć także rynkowych inspiracji – zapraszamy do lektury naszej relacji z targów Warsaw Pack 2025, które w tym roku przyciągnęły rekordową liczbę wystawców i zwiedzających, oferując przekrój najnowszych rozwiązań dla sektora opakowaniowego.

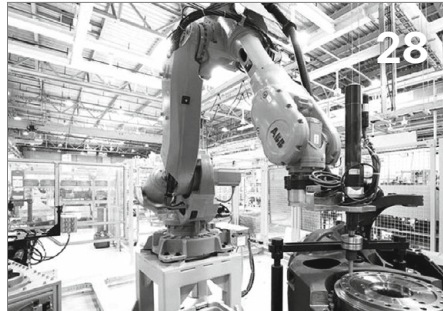
Dziękujemy, że są Państwo z nami – i zapraszamy do lektury. Mamy nadzieję, że prezentowane treści będą dla Państwa nie tylko źródłem wiedzy, ale także impulsem do dalszego rozwoju i doskonalenia procesów w Państwa zakładach.

Z poważaniem,

Barbara Sabina

Redaktor kwartalnika

„Ważenie, Dozowanie, Pakowanie”



Co w numerze

STAŁE POZYCJE

- 5** | Nowości techniczne
- 84** | Zestawienie firm
- 89** | Biblioteka

TECHNOLOGIE I PRODUKTY

6 | Zapraszamy na targi automatica 2025 – światowe centrum innowacji w automatyzacji!

8 | Dozowniki HETHON – precyzyjne podawanie proszków, granulatów, barwników, ziaren – Przedsiębiorstwo Handlowo-Usługowe BRINPOL Jarosław Brinken

10 | Dotacje dla przemysłu: Cyfrowa transformacja i efektywność energetyczna w praktyce

13 | digiBOX – Biuro Inżynierskie – HBM Maciej Zajęczkowski

INFORMACJE BRANŻOWE

12 | Nadarzyn, 8–10 kwietnia 2025 r. Dziesiąta edycja Międzynarodowych Targów Techniki Pakowania i Opakowań Warsaw Pack za nami

14 | Warsaw Industry Automatica 2025: Nowe kierunki i praktyczne rozwiązania dla przemysłu

15 | Za nami XXVII edycja Ogólnopolskiego Sympozjum Hydroprezentacje 2025

16 | O tym rozmawiali uczestnicy XVII Europejskiego Kongresu Gospodarczego w Katowicach. Bezpieczeństwo i konkurencyjność gospodarki w dobie geopolitycznych zawirowań

NAUKA

18 | Zastosowanie procesu powlekania w projektowaniu aktywnych folii opakowaniowych – Sabina Galus

21 | Propozycja szybkiej metody oznaczania wody w wybranym produkcie tłuszczowym typu margaryna – Małgorzata Kowalska, Sławomir Janas

28 | Perspektywy rozwoju automatyki – Marek Ludwicki, Michał Ludwicki

40 | Pomiary nietypowych parametrów procesów przemysłu spożywczego – Marek Ludwicki, Michał Ludwicki

48 | Ogólne metody badania żywności – Ewa Kubińska-Jabcoń, Mariusz Niekurzak, Wiktor Kubiński

70 | Przepływ produktów na linii produkcyjnej w procesach zrobotyzowanego sortowania, pakowania i paletyzacji w dobie Przemysłu 4.0. Część 2 – Wojciech Kaczmarek, Jarosław Panasiuk

INDEKS REKLAM

Biuro Inżynierskie – HBM Maciej Zajęczkowski	5, 13
Brinpol	9
Cantoni GROUP	11
MS-Consulting	10
norelem	2
RADWAG	1, 5
Targi automatica	7



digiBOX – mierz, analizuj, udoskonalaj!

Nowy w ofercie marki HBM, precyzyjny wielokanałowy wzmacniacz digiBOX dla czujników tensometrycznych i piezoelektrycznych zachwyca nowoczesną konstrukcją, interfejsami, intuicyjnym webserwerem i zintegrowanym przetwarzaniem danych pomiarowych w czasie rzeczywistym.

Układ ten można swobodnie konfigurować z dwoma lub czterema wejściami zarówno dla czujników opartych na technologii tensometrycznej, jak i piezoelektrycznej. Firma HBM oferuje szereg czujników dla tych obu technologii sensorycznych, które mierzą między innymi: odkształcenie, siłę, masę, moment obrotowy, ciśnienie.

Wejścia czujników są zsynchronizowane, co umożliwia wykonywanie wymagających pomiarów przemysłowych z częstotliwością próbkowania 40 kS/s i 24-bitową rozdzielczością dla obu możliwych technologii wejściowych.

Układ zapewnia:

- wysokiej jakości pomiary w klasie: 0.01 (układy tensometryczne) i 0.5 (układy piezoelektryczne);
- webserwer do łatwej parametryzacji układu i wizualizacji danych z trybem dziennym i nocnym;
- łączność OT do sterowania maszyną i IT do analizy i optymalizacji danych oraz procesów;
- funkcje obróbki danych w czasie rzeczywistym dla różnych zastosowań przemysłowych;
- 10 zestawów parametrów urządzenia;
- możliwość podłączenia czujników tensometrycznych i piezoelektrycznych (2 lub 4 kanały);
- solidną i kompaktową obudowę metalową (IP67);
- 4 cyfrowe wejścia/wyjścia i 4 wyjścia analogowe (przełączalne napięcie/prąd);
- interfejsy PROFINET i EtherCAT®.

Biuro Inżynierskie – HBM Maciej Zajczkowski

www.hbm.com.pl



Terminal PUE CY10

Terminal PUE CY10 to nowoczesna głowica wag precyzyjnych i platformowych serii CY10. Urządzenie wyposażono w trwałą obudowę o klasie szczelności IP 43 i wiele interfejsów komunikacyjnych, takich jak Wi-Fi®, Hotspot czy Ethernet.

Najważniejsze zalety terminala PUE CY10:

- 10-calowy ekran dotykowy;
- zaawansowana weryfikacja użytkownika;
- obsługa wagi z poziomu smartfona, tabletu lub komputera dzięki Hotspotowi;
- szybka identyfikacja i dostęp do funkcji za sprawą czytnika RFID;
- notatki tekstowe Live Note;
- polecenia głosowe;
- historia pomiarów w Handy Library;
- widżety pokazujące kluczowe dane w czasie rzeczywistym;
- Ambient Light, który sygnalizuje status operacji.

Terminal został wzbogacony o funkcje wag etykietujących:

- współpraca z Edytorem etykiet R02;
- kompatybilność z drukarkami ZEBRA;
- obsługa etykiet pojedynczych i zbiorczych;
- import i eksport wzorów etykiet poprzez USB;
- przypisywanie etykiet do towarów lub klientów i druk etykiety globalnej.

Oprogramowanie terminala oferuje również:

- współpracę z dwiema platformami wagowymi;
- aktualizację danych statystycznych dla konkretnych towarów lub globalnie;
- rozbudowany tryb tary, także dla wydania produktu końcowego.

RADWAG Wagi Elektroniczne

www.radwag.com

Reklama

**WAŻENIE
DOZOWANIE
PAKOWANIE**
kwartalnik techniczno-informacyjny

Wybierz swoją prenumeratę

Napisz na adres: prenumerata@industrypublisher.com

Zapraszamy na targi automatica 2025 – światowe centrum innowacji w automatyzacji!

Targi automatica 2025, które odbędą się w dniach 24–27 czerwca w Monachium, to jedno z najważniejszych wydarzeń dla wszystkich zainteresowanych nowoczesnymi rozwiązaniami i technologiami w zakresie automatyzacji produkcji. Wydarzenie to gromadzi kluczowych graczy i decydentów z różnych sektorów przemysłu, umożliwiając wymianę doświadczeń oraz nawiązywanie cennych kontaktów biznesowych.

Dlaczego warto odwiedzić targi automatica?

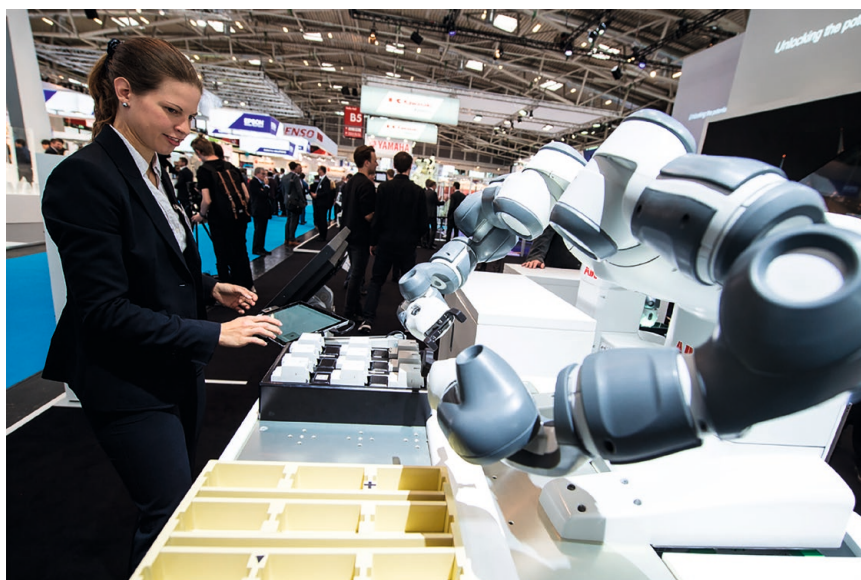
Automatyzacja produkcji odgrywa kluczową rolę w globalnej gospodarce, a targi automatica to idealna okazja, by odkryć najnowsze trendy i zainspirować się innowacjami technologicznymi. Podczas poprzedniej edycji w 2023 roku w wydarzeniu wzięło udział 648 wystawców, z czego 35% stanowili uczestnicy z zagranicy. Targi przyciągnęły 41 000 odwiedzających z 92 krajów, a łączna powierzchnia wystawiennicza wyniosła imponujące 66 000 m².

Aż 83% odwiedzających podejmuje decyzje inwestycyjne, co czyni targi automatica doskonałą platformą do nawiązywania wartościowych kontaktów biznesowych i budowania długoterminowej współpracy.

Co czeka na odwiedzających w 2025 roku?

Targi automatica 2025 to kompleksowy przegląd innowacji w obszarze:

- technologii montażu i obsługi,
- robotyki przemysłowej oraz profesjonalnej robotyki serwisowej,
- przemysłowego przetwarzania obrazu,
- systemów pozycjonowania,
- technologii napędowej,
- sensoryki,
- technologii sterowania i komunikacji przemysłowej,



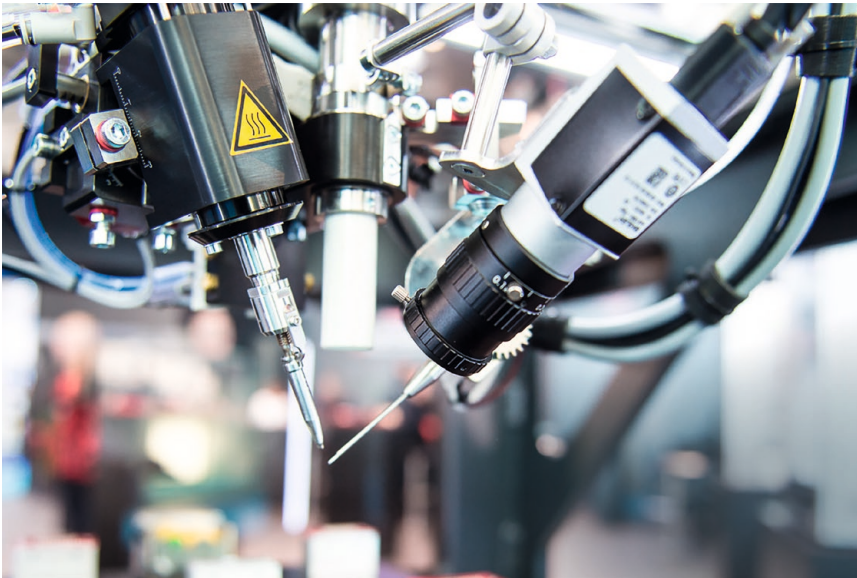
- technologii bezpieczeństwa,
- technologii zaopatrzenia,
- oprogramowania i Cloud Computing,
- usług i dostawców,
- badań i technologii.

Dodatkowym atutem wydarzenia jest bogaty program konferencji, podczas których światowej klasy eksperci zaprezentują najnowsze osiągnięcia i przyszłościowe rozwiązania.

Kluczowym tematem targów będzie **zrównoważona praca**. Automatyzacja zmierza ku bardziej ekologicznym i efektywnym procesom produkcyjnym, koncentrując się na optymalnym wykorzystaniu zasobów, minimalizacji

odpadów, redukcji emisji oraz efektywności energetycznej. Roboty, dzięki swojej energooszczędności i elastyczności, wspierają te transformacje, umożliwiając natychmiastowe dostosowanie do nowych zadań.

Kolejnym zagadnieniem będzie **digitalizacja i sztuczna inteligencja**. Na targach zaprezentowane zostaną rozwiązania zgodne z **Przemysłem 4.0**, umożliwiające optymalizację procesów i zwiększenie wydajności. Sztuczna inteligencja w analizie Big Data oraz prognozowaniu przynosi rewolucję w automatyzacji i adaptacji procesów produkcyjnych.



Ostatnim tematem będzie **Przyszłość pracy**. Przemysł 4.0 i sztuczna inteligencja wprowadzają zmiany w zawodach, a coboty stanowią przykład, jak technologia współpracuje z pracownikami. Targi pokażą, jak łatwo obsługiwać roboty współpracujące i jak technologia wzbogaca rynek pracy.

Równocześnie z targami **automatica** będą odbywać się targi **Laser World of Photonics**, dzięki czemu odwiedzający będą mieli okazję uczestniczyć w dwóch imprezach dotyczących najnowszych technologii – robotyki, automatyzacji produkcji oraz technik laserowych.

Automatyzacja produkcji odgrywa kluczową rolę w globalnej gospodarce, a targi **automatica** to idealna okazja, by odkryć najnowsze trendy i zainspirować się innowacjami technologicznymi.

Nie przegap okazji, aby zdobyć najświeższą wiedzę o technologiach przyszłości i spotkać liderów branży! Już teraz zaplanuj swoją wizytę na targach **automatica 2025!**

Bilety na wydarzenie dostępne są w różnych wariantach – bilet jednodniowy zakupiony online kosztuje 44 EUR, a karnet czterodniowy jest dostępny w cenie 89 EUR. □

Więcej informacji znajdziesz tutaj:

<https://automatica-munich.com/en/trade-fair/tickets/>

<https://automatica-munich.com/en/>

Reklama

Where is smart logistics in production heading?

FIND ALL ANSWERS HERE. **AUTOMATICA 2025**

MESSE MÜNCHEN



automatica

The Leading Exhibition for Smart Automation and Robotics

June 24–27, 2025 | Munich

automatica-munich.com

VDMA

Robotics • Automation

Dozowniki HETHON – precyzyjne podawanie proszków, granulatów, barwników, ziaren

Firma HETHON od 1989 roku produkuje dozowniki materiałów sypkich z elastycznymi ściankami. W urządzeniach tych wykorzystuje się łagodne masowanie zewnętrznych powierzchni zbiornika tak, że podczas dozowania zapobiega się zbijaniu, zawieszaniu się oraz tunelowaniu nawet przy najtrudniejszych materiałach. Łagodne działanie nie powoduje degradacji, segregacji czy też aglomeracji. Zewnętrzne masowanie daje całkowite wypełnienie zwojów ślimaka produktem o jednorodnej gęstości. W kombinacji z bardzo dokładną liczbą obrotów ślimaka dozowniki HETHON są kluczem do dokładnego dozowania. Jednak najbardziej optymalnym sposobem dozowania materiałów sypkich jest stosowanie systemu *Loss in Weight*, dzięki czemu zawartość dozownika

→ Stacja rozworkowywania z dozownikiem



HETHON, razem ze zbiornikiem zwiększającym łączną pojemność układu, może być podawana porcjami lub w sposób ciągły z „platformy wagi”. W ten sposób jest możliwe podawanie ciągłego strumienia materiału do procesu w kg/h. Przy zastosowaniu systemu *Loss in Weight* podawanie lub dozowanie porcji jest znacznie szybsze niż przy wszystkich innych systemach grawimetrycznych, ponieważ nie traci się czasu na tarowanie wagi.

Oprócz dozowników w ofercie znajdują się dodatkowe zbiorniki ze stali nierdzewnej oraz podajniki giętke.

↓ Specyfikacja techniczna wybranych modeli dozowników

Model		30	40	60	80
Wydajność	l/h	0,015–45	0,7–150	25–1500	150–20 000
Pojemność	l/h	1	10	30	90
Wymiary	cm	22 × 23 × 24	40 × 40 × 32	60 × 60 × 42	80 × 80 × 65

Na rynku polskim interesy firmy HETHON reprezentuje firma BRINPOL. Od 1996 roku dostarcza dozowniki do różnych gałęzi przemysłu:

- **przemysł tworzyw sztucznych**
 - podawanie pigmentów do mikserów,
 - podawanie granulatów do wylączarek,
 - dozowanie kredy jako wypełniacza,
 - dozowanie ścierek do głównej linii produkcyjnej;
- **przemysł spożywczy**
 - podawanie dodatków smakowych, zapachowych, napełnianie słoików, torebek, worków,
 - posypywanie ziołami produktów,
 - wypełnianie worków, torebek mlekiem w proszku;
- **przemysł chemiczny**
 - dozowanie chemikaliów do procesów;
 - **przemysł lakierniczy**
 - dozowanie pigmentów;
 - **przemysł kosmetyczny**
 - dozowanie dodatków do procesu;
- **przemysł szklarski**
 - podawanie glinki, emalii, barwników;
- **przemysł farmaceutyczny**
 - dozowanie produktów wg receptury,
 - wypełnianie produktów sterylnych;

- **przemysł gumowy**
 - dozowanie wg receptury;
- **inne**
 - dozowanie tonerów do kopiarek,
 - dozowanie żwiru.

Zalety dozowników oferowanych przez firmę BRINPOL:

- dozowanie materiałów zbrylających i zawieszających się;
- system szybkiego demontażu do czyszczenia zbiornika;
- bardzo niskie koszty eksploatacji;
- łatwa wymiana ślimaka i dyszy;
- szczelne łożyska;
- znak CE;
- certyfikat FDA;
- wykonanie ATEX.

BRINPOL
SINCE 1994

Przedsiębiorstwo Handlowo-Usługowe

BRINPOL Jarosław Brinken

ul. Królewska 35, 05-502 Bogatki

tel. 22 757 36 51, tel. kom. 501 041 986

e-mail: brinpol@brinpol.com.pl

www.brinpol.com.pl

Reklama

Firma HETHON od 1989 r. produkuje dozowniki materiałów sypkich z elastycznymi ściankami. W urządzeniach tych wykorzystuje się łagodne masowanie zewnętrznych powierzchni zbiornika tak, że podczas dozowania zapobiega się zbijaniu, zawieszaniu się oraz tunelowaniu, nawet przy najtrudniejszych materiałach. Łagodne działanie nie powoduje degradacji, segregacji czy też aglomeracji.

Wyłącznym przedstawicielem firmy HETHON na Polskę jest firma BRINPOL, która od 1996 r. dostarcza dozowniki do różnych gałęzi przemysłu:

- **Tworzyw sztucznych** (podawanie pigmentów do mikserów, podawanie granulatów do wylączarek, dozowanie kredy jako wypełniacza, dozowanie ścierek do głównej linii produkcyjnej);
- **Spożywczy** (podawanie dodatków smakowych, zapachowych, napełnianie słoików, torebek, worków, posypywanie ziołami produktów, wypełnianie worków, torebek mlekiem w proszku);
- **Chemiczny** (dozowanie chemikaliów do procesów);
- **Lakierniczy** (dozowanie pigmentów);
- **Szklarski** (podawanie glinki, emalii, barwników);
- **Farmaceutyczny** (dozowanie produktów wg receptury, wypełnianie produktów sterylnych);
- **Gumowy** (dozowanie wg receptury);
- **Inne** (dozowanie tonerów do kopiarek, dozowanie żwiru).

Zalety dozowników oferowanych przez firmę BRINPOL:

- dozowanie od 0,015 l/h do 20 000 l/h (w zależności od typu dozownika);
- dozowanie materiałów zbrylających i zawieszających się;
- system szybkiego demontażu do czyszczenia zbiornika;
- bardzo niskie koszty eksploatacji;
- łatwa wymiana ślimaka i dyszy;
- prosty układ poruszania się;
- szczelne łożyska;
- znak CE.

BRINPOL
SINCE 1994

**Specjalista w dostawach urządzeń,
części i narzędzi
do transportu pneumatycznego
i hydraulicznego materiałów**





Dotacje dla przemysłu:

Cyfrowa transformacja i efektywność energetyczna w praktyce

Po wakacjach szykuje się spory zastrzyk pieniędzy dla firm. Już od września 2025 r. ogłoszony zostanie długo oczekiwany konkurs DIG.IT – Transformacja Cyfrowa Polskich MŚP, który może odmienić kierunek rozwoju tysięcy firm z sektora produkcyjnego. W podobnym terminie rozpocznie się kolejny nabór wniosków w ramach programu Kredyt Ekologiczny, wspierającego inwestycje w efektywność energetyczną i modernizację parku maszynowego.

Oba instrumenty oferują bezzwrotne dotacje dla firm gotowych wdrażać technologie przyszłości – od sztucznej inteligencji, przez automatyzację, po cyfrowe systemy zarządzania energią.

Przemysł 4.0: nie tylko robotyzacja, ale inteligencja operacyjna

DIG.IT to program Agencji Rozwoju Przemysłu zaprojektowany z myślą o firmach produkcyjnych, które chcą rzeczywiście wkroczyć na ścieżkę cyfrowej transformacji. Wsparcie obejmuje m.in.:

- wdrażanie sztucznej inteligencji i uczenia maszynowego do optymalizacji produkcji i predykcyjnej konserwacji,
- integrację systemów ERP, MES i SCADA z urządzeniami przemysłowego internetu rzeczy (IIoT),
- automatyzację analityki danych i zarządzania zasobami,
- rozbudowę infrastruktury chmurowej oraz analizę danych w czasie rzeczywistym.

Firmy mogą uzyskać dofinansowanie na wdrażanie rozwiązań takich jak cyfrowe bliźniaki, systemy predykcyjnej diagnostyki maszyn, automatyczne planowanie produkcji czy rozproszone systemy zarządzania energią.

Dofinansowanie: kto, ile i na co?

Program DIG.IT wg projektu warunków zaoferuje bezzwrotne dotacje w wysokości od 150 tys. zł do 849 tys. zł,

pokrywające do 50% kosztów netto inwestycji. Program adresowany będzie do mikro, małych i średnich przedsiębiorstw produkcyjnych, które prowadzą działalność od co najmniej 5 lat. Inwestycje muszą dotyczyć procesów produkcyjnych lub bezpośrednio je wspierających, np. projektowania, magazynowania, kontroli jakości czy sprzedaży.

Koszty kwalifikowane

- Zakup gotowego oprogramowania lub zleconych prac programistycznych – jako koszty obligatoryjne.
- Szkolenia i zakup niezbędnego sprzętu IT – jako koszty uzupełniające (do 40% projektu).

Harmonogram naboru

- 23 września 2025 – ogłoszenie konkursu.
- 24 października 2025 – rozpoczęcie składania wniosków.
- 8 stycznia 2026, godz. 16:00 – zakończenie naboru.

Ekologiczna modernizacja jako uzupełnienie transformacji cyfrowej

Program Kredyt Ekologiczny umożliwia dofinansowanie inwestycji, które zmniejszają zużycie energii – warunkiem jest oszczędność wynosząca co najmniej 30%. Dotacja (tzw. premia ekologiczna) spłaca część kredytu inwestycyjnego zaciągniętego w banku współpracującym z BGK. Zakres inwestycji obejmuje m.in.:

Po wakacjach szykuje się spory zastrzyk pieniędzy dla firm. Już od września 2025 r. ogłoszony zostanie długo oczekiwany konkurs DIG.IT – Transformacja Cyfrowa Polskich MŚP, który może odmienić kierunek rozwoju tysięcy firm z sektora produkcyjnego. W podobnym terminie rozpocznie się kolejny nabór wniosków w ramach programu Kredyt Ekologiczny, wspierającego inwestycje w efektywność energetyczną i modernizację parku maszynowego.

- wymianę maszyn i linii produkcyjnych na energooszczędne,
- modernizację systemów HVAC i oświetlenia,
- instalację OZE i magazynów energii na potrzeby własne firmy.

Wniosek musi zawierać audyt energetyczny potwierdzający zasadność działań oraz promesę kredytową. Minimalna wartość inwestycji to 2 mln zł, a poziom dofinansowania może wynieść od 15% do nawet 80%, zależnie od lokalizacji i wielkości przedsiębiorstwa.

Transformacja przemysłowa w praktyce

Połączenie programów DIG.IT i Kredytu Ekologicznego pozwoli firmom jednocześnie unowocześnić procesy operacyjne i poprawić efektywność energetyczną. Wdrożenie cyfrowych systemów zarządzania produkcją i konserwacją, zasilanych danymi z IIoT oraz wspieranych algorytmami AI, może przynieść nie tylko oszczędności, ale też zdecydowaną przewagę konkurencyjną.

Modernizacja parku maszynowego i infrastruktury energetycznej dodatkowo zmniejsza koszty operacyjne i zwiększa

niezależność energetyczną zakładów. To są odrębne programy, na odrębnych warunkach, wnioski składane są do innych instytucji, jednak cel strategiczny w obu programach jest zbliżony – poprawić konkurencyjność wnioskodawcy. Jest jeszcze jedna wspólna cecha – warto rozpocząć przygotowania do naborów z wyprzedzeniem, bo skuteczne aplikowanie zależy od jakości przygotowanych dokumentów, realistycznych harmonogramów i dobrze przygotowanej analizy efektów.

Linki

<https://www.funduszeuropejskie.gov.pl/>
<https://www.gov.pl/web/planodbudowy/nabory>
<https://www.gov.pl/web/ncbr>
<https://www.parp.gov.pl/>

□

MS-Consulting

www.ms-consulting.pl

Reklama

Cantoni®
GROUP

www.cantonigroup.com



Silniki elektryczne
od 0,04 kW do 7000 kW
 dla różnych gałęzi przemysłu

Nadarzyn, 8–10 kwietnia 2025 r.

Dziesiąta edycja Międzynarodowych Targów Techniki Pakowania i Opakowań Warsaw Pack za nami

Jubileuszowe wydarzenie nie zawiodło ani pod względem frekwencji, ani jakości merytorycznej. Tysiące zwiedzających, setki wystawców i kilkadziesiąt godzin eksperckich prelekcji – wszystko to składało się na największe w regionie święto branży opakowaniowej. Zespół naszej redakcji był na miejscu, by z bliska przyjrzeć się aktualnym trendom i technologiom, które już dziś kształtują przyszłość produkcji i logistyki.

Nowoczesne technologie i rosnąca rola automatyzacji

Zwiedzający hale wystawiennicze mogli zobaczyć przekrój całej branży: od maszyn ważących i dozujących, przez linie pakujące, po innowacyjne materiały opakowaniowe. Szczególną uwagę zwracały rozwiązania z zakresu automatyzacji – robotyzacja stanowisk pakowania, systemy kontroli jakości w czasie rzeczywistym, a także integracja urządzeń z systemami zarządzania produkcją. Coraz więcej firm prezentowało nie tylko pojedyncze urządzenia, ale kompleksowe systemy usprawniające cały proces pakowania – od napełnienia po etykietowanie i paletyzację.

Zrównoważony rozwój – temat, który nie schodzi z agendy

Jednym z dominujących tematów tegorocznej edycji był zrównoważony rozwój. Wiele firm pokazało rozwiązania, które mają zmniejszyć zużycie surowców, ograniczyć odpady i poprawić efektywność energetyczną. Pojawiły się opakowania kompostowalne, taśmy i folie z recyklingu oraz inteligentne systemy pakujące, które optymalizują zużycie materiałów w zależności od rodzaju produktu. Widoczny był także trend „eco-designu” – projektowania opakowań z myślą o ich drugim życiu.

Targi jako przestrzeń dialogu i wymiany wiedzy

Program towarzyszący Warsaw Pack 2025 był równie bogaty, co część wystawiennicza. Prelekcje, debaty i warsztaty przyciągały profesjonalistów szukających inspiracji i praktycznych wskazówek. Ekspertsi dzielili się doświadczeniami związanymi z wdrażaniem innowacji, transformacją cyfrową oraz spełnianiem coraz bardziej restrykcyjnych norm środowiskowych.

Podsumowanie

Warsaw Pack 2025 udowodnił, że branża opakowaniowa znajduje się w dynamicznym punkcie zwrotnym. Z jednej



strony – presja regulacyjna i oczekiwania klientów, z drugiej – technologiczne możliwości, które pozwalają odpowiadać na te wyzwania z coraz większą precyzją. Tegoroczne targi były nie tylko przeglądem rozwiązań dostępnych tu i teraz, ale też spojrzeniem w przyszłość, w której pakowanie będzie nie tylko szybsze i bardziej wydajne, ale także inteligentne i odpowiedzialne. □

digiBOX

Podczas transformacji cyfrowej w przemyśle, integracja technologii informacyjnej (IT) i technologii operacyjnej (OT) staje się kluczowa dla optymalizacji procesów, zwiększenia produktywności i płynnego przepływu danych.

Nowy wzmacniacz o nazwie digiBOX został zaprojektowany tak, aby wypełnić tę lukę, oferując zaawansowaną interoperacyjność IT/OT w celu odblokowania nowych poziomów wydajności i precyzji w zastosowaniach przemysłowych i wagowych.

Interoperacyjność IT/OT odnosi się do integracji systemów biznesowych (takich jak ERP, MES lub platformy w chmurze) z systemami operacyjnymi (takimi jak PLC, SCADA i czujniki).

Ta integracja zapewnia komunikację w czasie rzeczywistym i udostępnianie danych w obu domenach, umożliwiając świadome podejmowanie decyzji, analitykę predykcyjną i ulepszoną kontrolę procesów.

Precyzyjne i wydajne procesy ważenia są niezbędne we wszystkich branżach, od zapewniania jakości po automatyczne napełnianie i ważenie kontrolne.

W złożonych środowiskach przemysłowych interoperacyjność IT/OT przynosi takie korzyści jak:

- natychmiastowy dostęp do danych maszyny i odczytów czujników umożliwiające szybkie regulacje i ulepszoną kontrolę procesu;
- zautomatyzowaną wymianę danych ograniczającą interwencję ręczną i zapewniającą ciągły przepływ informacji między systemami m.in. o zmierzonej wartości masy gwarantując spójność i zgodność procesów oraz uproszczone raportowanie na potrzeby audytów, a także kontroli jakości;
- integrację systemów, które monitorują stan sprzętu, przewidywać awarie i zmniejszają nieoczekiwane przestoje;
- łatwą integrację z platformami w chmurze i nowoczesnymi protokołami (np. MQTT), co przygotowuje przedsiębiorstwa na technologie przyszłości, takie jak cyfrowe bliźniaki i uczenie maszynowe, zmniejszając tym samym wąskie gardła i optymalizując przepustowość produkcji;



- redukcję błędów: zintegrowane algorytmy i informacje zwrotne w czasie rzeczywistym minimalizują niedokładności podczas ważenia.

Wzmacniacz digiBOX został specjalnie zaprojektowany, aby zapewnić bezbłędną integrację IT/OT – tym samym umożliwia firmom optymalizację działań i zwiększenie dokładności, zapewniając, że są przygotowane na przyszłość technologii przemysłowych i wagowych. Ta integracja nie tylko usprawnia procesy, ale także przygotowuje grunt pod inteligentniejsze, ściślej powiązane środowiska produkcyjne.

Główne cechy wzmacniacza digiBOX w wersji wagowej:

- możliwość podłączenia czujników tensometrycznych (swobodnie konfigurowalne 2 lub 4 kanały);
- częstotliwość próbkowania 2 kS/s na kanał z 24-bitową konwersją analogowo-cyfrową;
- solidna i kompaktowa obudowa metalowa (IP67);
- 4 cyfrowe wejścia/wyjścia i 4 wyjścia analogowe (przełączalne napięcie/prąd);
- prosta obsługa za pośrednictwem zintegrowanego webserwera;
- wewnętrzne kanały obliczeniowe (funkcje statystyczne)
- interfejs PROFINET (IRT/RT 2 KHz, 4 KHz);
- równoległe połączenie na poziomie IT: protokoły oparte na TCP/IP: openDAQ, MQTT, RestAPI (OpenAPI). □

Reklama

HBM
WYŁĄCZNY
PRZEDSTAWICIEL
MARKI HBM NA
TERENIE POLSKI
HOTTINGER BALDWIN MESSTECHNIK GmbH

BIURO INŻYNIERSKIE MACIEJ ZAJĄCZKOWSKI

ul. Krauthofera 16, 60-203 Poznań
tel./fax: 61 662 56 66
tel. kom. 501 607 400
info@hbm.com.pl
www.hbm.com.pl



- TENSOMETRY OPOROWE I OPTYCZNE, ZBIORNIKOWE MODUŁY WĄŻĄCE
- PRZETWORNIKI WAGI, SIŁY, MOMENTU OBROTOWEGO, DROGI I CIŚNIENIA
- WZMACNIACZE POMIAROWE O CZĘSTOTLIWOŚCI PRÓBKOWANIA NAWET DO 100 000 000 Hz
- OPROGRAMOWANIE DO ZASTOSOWAŃ LABORATORYJNYCH, PRZEMYSŁOWYCH I POMIARÓW DYNAMICZNYCH

Warsaw Industry Automatica 2025: Nowe kierunki i praktyczne rozwiązania dla przemysłu

Edukacyjne panele prowadzone przez cenionych ekspertów, tysiące odwiedzających nastawionych na kontrakty oraz możliwości rozwoju biznesowego, jakich nie oferuje żadne inne wydarzenie – 4. edycja Warsaw Industry Automatica zapisała się jako jedno z najbardziej wartościowych spotkań branżowych. Event odbył się w dniach 13–15 maja 2025 roku w Ptak Warsaw Expo. Odwiedziło go 13 342 osób.

Czwarta edycja Warsaw Industry Automatica – międzynarodowych targów automatyzacji przemysłowej i robotyki – przyniosła odwiedzającym realne możliwości rozwoju i nawiązania wartościowych relacji biznesowych:

- poznanie innowacji z zakresu aparatury kontrolno-pomiarowej i pomocniczej, systemów sterowania, robotyzacji, elektroniki przemysłowej i systemów napędowych;
- kontrakty z przedsiębiorcami gotowymi na inwestycje – w tym z inżynierami, menedżerami produkcji, specjalistami do spraw logistyki;
- aktualizację łańcuchów dostaw o korzystniejsze rozwiązania;
- skorzystanie z inspirujących branżowych prelekcji.

Warsaw Industry Automatica stworzyło szereg możliwości rozwojowych. Gwarantowane one były w dużej części dzięki Automation & Robotics Summit, czyli Konferencji Branży Automatyki Przemysłowej i Robotyki.

W ramach wydarzenia odbyły się merytoryczne panele i warsztaty. W Strefie Startupowo-Edukacyjnej „Akcelerator Scalab”, odwiedzający mogli skorzystać z cyklu inspirujących prelekcji różnych firm. W tym gronie znaleźli się między innymi 10senses, EUVIC, OVH, PowerGam czy Modino. Ponadto odbyły się konkursy startupowe oraz warsztaty edukacyjne Future Minds dedykowane młodzieży.

Dodatkowo, prawdziwą kopalnią wiedzy o innowacjach była dla

uczestników Warsaw Industry Automatica konferencja Automatyzacja i Robotyzacja w Świecie Przemysłu 4.0. Podczas niej rozmawiano o automatyzacji i robotyzacji w kontekście sztucznej inteligencji – między innymi w zarządzaniu flotą AMR. Mówiono też o wykorzystaniu AI i robotyki w produkcji sensorów półprzewodnikowych. Drugi dzień konferencji poświęcony był z kolei cyberbezpieczeństwu. Poruszono zagadnienia Digital Twin w logistyce przemysłowej, prawnych aspektów zarządzania ryzykiem czy cobot w praktyce.

Odbył się również szereg prelekcji od specjalistów dla specjalistów, czyli Panel Trendów i Prezentacji Wystawców. Wiedzy można było więc zgromadzić wiele i to od najbardziej cenionych ekspertów.

Pierwszy dzień czwartej edycji targów Warsaw Industry Automatica 2025 – prestiżowego wydarzenia poświęconego automatyce, robotyce i technologiom przemysłowym – rozpoczął się wyjątkowym akcentem. 13 maja odbyła się Uroczysta Ceremonia Medalowa, która zgromadziła liderów branży, przedstawicieli firm technologicznych oraz kluczowych partnerów z Polski i zagranicy.

Medale wręczali:

- Dariusz Drąg – dyrektor ds. rozwoju Ptak Warsaw Expo
- Paweł Babski – prezes Krajowej Izby Targowej
- Jerzy Romański – wiceprezes Ogólnopolskiej Federacji MŚP

Celem ceremonii było uhonorowanie firm, które w szczególny sposób przyczyniły się do rozwoju sektora automatyki przemysłowej, prezentując innowacyjne rozwiązania, zaawansowane technologie oraz wyjątkowe premiery produktowe. Wyróżnienia zostały przyznane w czterech kategoriach:

- Innowacyjność
- Produkt targowy
- Premiera targowa
- Ekspozycja targowa

Lista laureatów Medalu Targowych:

- **Innowacyjność:**
 - Katowicka Specjalna Strefa Ekonomiczna
 - Elmark Automatyka
 - Beckhoff Automation
 - Schmalz
 - POLPACK ZEUS
- **Produkt targowy:**
 - Multiprojekt Automatyka
 - ELESa + GANTER
 - Hennlich
- **Premiera targowa:**
 - AUTROBOT – STREFA
- **Ekspozycja targowa:**
 - Forum Automatyki i Robotyki Polski

Dodatkowe wyróżnienia przyznała Ogólnopolska Federacja Małych i Średnich Przedsiębiorstw, nagradzając firmy za ich wkład w rozwój branży i wsparcie sektora MŚP. Otrzymały je:

- EDULAB
- Elmark Automatyka
- Fatek Polska
- Fairp
- ASTAT

Organizatorzy podkreślają, że ceremonia medalowa to nie tylko okazja do nagrodzenia najlepszych firm, ale także ważny punkt programu targów – tworzący przestrzeń do inspiracji, nawiązywania kontaktów i wspólnego kształtowania przyszłości automatyki przemysłowej.

Miło nam poinformować, że w dniach 12–14 maja 2026 roku odbędzie się 5. edycja Warsaw Industry Automatica. Warto zarejestrować się na nią już dziś! □

Za nami XXVII edycja Ogólnopolskiego Sympozjum Hydroprezentacje 2025

Tegoroczna edycja, która odbyła się w dniach 2–4 kwietnia w Krynicy-Zdroju, stała się ważnym forum wymiany doświadczeń oraz prezentacji najnowszych trendów technologicznych w sektorze wodno-kanalizacyjnym. Przedstawiciele przedsiębiorstw wodociągowych, świata nauki i firm technologicznych spotkali się, by dyskutować o wyzwaniach związanych z cyfryzacją, automatyzacją oraz bezpieczeństwem infrastruktury krytycznej. Hasło tegorocznej edycji – „Smart wodociągi, inteligentne miasto pod ziemią” – doskonale oddaje kierunek, w jakim zmierza branża.

Konferencja Hydroprezentacje od lat przyciąga kadrę kierowniczą przedsiębiorstw wodociągowych z całej Polski, w tym prezesów i dyrektorów zarówno z dużych aglomeracji, jak i mniejszych miejscowości. Przez trzy dni uczestnicy mieli okazję zapoznać się z szeregiem prezentacji skupionych na wykorzystaniu sztucznej inteligencji, systemów IoT, analityki danych i modeli predykcyjnych w kontekście zarządzania siecią wodociągową i kanalizacyjną. Nie zabrakło również przykładów konkretnych wdrożeń w różnych skalach. Wśród prelegentów znaleźli się m.in. Przemysław Tuchliński, Prezes Zarządu Wodociągów Białostockich, prof. dr hab. inż. Krzysztof Gaska z Politechniki Śląskiej oraz Paweł Sikorski, Prezes Izby Gospodarczej „Wodociągi Polskie”. Praktyczna wymiana doświadczeń i podejść wdrożeniowych stanowiła jeden z najmocniejszych punktów tegorocznego programu.

Wśród najlepiej ocenianych przez uczestników wystąpień znalazła się prezentacja Łukasza Zilberta z Wodociągów Kłódzkich pt. „Zatopione Smart City – powódź z września 2025 roku w Kłodzku”, która w poruszający sposób ukazywała wyzwania związane z zarządzaniem infrastrukturą krytyczną w sytuacjach ekstremalnych. Dużym zainteresowaniem cieszył się także wykład przedstawicieli Katowickich Wodociągów – Prezesa Zarządu Stanisława Krusza i Głównego specjalisty ds. Cyfryzacji i koordynacji wdrożeń narzędzi informatycznych Krystiana Skalskiego – na temat wykorzystania technologii IoT i sztucznej inteligencji w inteligentnych systemach wodociągowych.

– Tegoroczna edycja potwierdziła, że Hydroprezentacje to miejsce, gdzie branża spotyka się, by mówić jednym głosem o przyszłości. Jesteśmy dumni, że po raz kolejny udało się stworzyć przestrzeń do merytorycznej dyskusji, inspiracji i realnej wymiany doświadczeń. To właśnie tu rodzą się pomysły i relacje, które mają szansę przełożyć się na konkretne działania i trwałe zmiany w sektorze. Cieszy nas, że tak wielu uczestników wyjechało z Krynicy z poczuciem dobrze wykorzystanego czasu i z nową energią do dalszego działania – mówi Beata Hałama, prezes Stowarzyszenia Wodociągowców Województwa Śląskiego.

Tegorocznym gościem specjalnym konferencji był Zbigniew Rokita – ceniony pisarz, dziennikarz oraz laureat Nagrody Literackiej Nike. Jego wystąpienie, poświęcone powiązaniom między sportem a polityką w Europie Środkowo-Wschodniej, stanowiło interesujące uzupełnienie programu wydarzenia i spotkało się z dużym zainteresowaniem oraz pozytywnym odbiorem uczestników.

Tradycyjnie podczas wieczornej gali wyróżniono osoby i instytucje zasłużone dla branży wod-kan. W tym roku wyróżnienia otrzymali przedstawiciele Katowickich Wodociągów: Prezes Zarządu Stanisław Krusz oraz Kierownik Działu Zarządzania i Komunikacji Agnieszka Jaszkaniec, a także Wydział Inżynierii Środowiska i Energetyki Politechniki Śląskiej. Wyróżnienie to stanowi wyraz uznania za ich wybitny wkład w rozwój sektora wodociągowo-kanalizacyjnego oraz za działania na rzecz innowacji i zrównoważonego rozwoju branży.

Integralnym elementem Hydroprezentacji – i jednym z wyróżników tej konferencji – pozostaje część integracyjna, budująca atmosferę otwartej wymiany i współpracy. Wieczorne rozmowy przy kolacji, mniej formalne spotkania branżowe oraz wspólne aktywności były nie tylko okazją do zacieśniania relacji między uczestnikami, ale także przestrzenią do dalszej, mniej formalnej rozmowy o kierunku rozwoju branży.

– Hydroprezentacje od lat są nie tylko konferencją o wysokiej wartości merytorycznej, ale również przestrzenią dialogu i współpracy. Widzimy, jak ważne dla uczestników jest spotkanie, rozmowa, możliwość dzielenia się wiedzą i wspólnego poszukiwania rozwiązań. To właśnie ta atmosfera zaufania i otwartości pozwala budować realne partnerstwa. A wszystko to odbywa się w gronie ludzi, którzy rozumieją odpowiedzialność, jaką niesie za sobą zarządzanie wodą i infrastrukturą publiczną. – mówi Andrzej Malinowski, przewodniczący Rady Programowej Sympozjum.

Organizatorami Hydroprezentacji są Stowarzyszenie Wodociągowców Województwa Śląskiego oraz Śląska Rada Naczelnej Organizacji Technicznej FSNT w Katowicach. Współorganizatorem są Katowickie Wodociągi. Patronat merytoryczny nad wydarzeniem objęli: Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Technik Innowacyjnych EMAG, Izba Gospodarcza „Wodociągi Polskie” i Politechnika Śląska. Partnerzy wydarzenia: LogicSynergy Sp. z o.o., HSB Stella Sp. z o.o., Amiblu Poland Sp. z o.o., Emitel S.A., WASKO S.A., Fabryka Armatur Jafar S.A., Grundfos Pompy Sp. z o.o. Organizatorem technicznym była agencja marketingowa Grupa PRC Holding. □

O tym rozmawiali uczestnicy XVII Europejskiego Kongresu Gospodarczego w Katowicach

Bezpieczeństwo i konkurencyjność gospodarki w dobie geopolitycznych zawirowań

Uznane autorytety, decyzyjni politycy, menedżerowie dużych firm i przedsiębiorcy, wyraziste osobowości, eksperci, naukowcy i ludzie mediów spotkali się 23–25 kwietnia w Katowicach na XVII Europejskim Kongresie Gospodarczym (EEC – *European Economic Congress*). Co znaczy działać razem dla bezpiecznej przyszłości i w jaki sposób podnieść konkurencyjność i niezależność europejskiej gospodarki – te kwestie były myślami przewodnimi tegorocznej debaty, organizowanej pod patronatem polskiej prezydencji w Unii Europejskiej.

Europejski Kongres Gospodarczy miał w tym roku dwa główne słowa-klucze: bezpieczeństwo i konkurencyjność. Wszyscy jesteśmy świadkami, jak dynamicznie, zwłaszcza w ostatnim czasie, zmienia się rzeczywistość geopolityczna i jakie wyzwania dla gospodarek niosą ze sobą te turbulencje. Na naszych oczach rodzi się nowy porządek świata, a niestabilne otoczenie gospodarki wpływa na koniunkturę, klimat inwestycyjny i strategię firm. Przez trzy kongresowe dni będziemy chcieli przyjrzeć się temu wszystkiemu wnikliwie i, jak co roku, stworzyć platformę wymiany myśli, doświadczeń, rekomendacji – mówi Wojciech Kuśpik, prezes Grupy PTWP, inicjator i organizator Europejskiego Kongresu Gospodarczego w Katowicach.

– Zależy nam, żeby z Katowic, w roku polskiej prezydencji w Unii Europejskiej, popłynęło wyraźne przesłanie dla Europy i świata, słyszalny i wiele wnoszący głos w dyskusji o tym, jaka będzie nasza przyszłość – dodaje.

Blisko 200 kongresowych debat odbyło się pod hasłem Razem dla bezpiecznej przyszłości „United for a safe future”. Bezpieczeństwo było rozpatrywane w kontekście nowego europejskiego priorytetu, jakim jest silna gospodarka jako fundament. Dyskutowane były m.in. założenia kluczowych dokumentów wskazujących kierunki zmian w polityce gospodarczej UE, jak *Clean Industrial Deal* czy Kompas konkurencyjności. Paneliści szukali odpowiedzi na pytanie, jak połączyć działania na rzecz neutralności klimatycznej ze wsparciem konkurencyjności gospodarki, zmniejszaniem zależności i podniesieniem bezpieczeństwa. Na wokandę wzięte zostały postulaty biznesu, takie jak deregulacja i więcej wolnego rynku, przystępne ceny energii, priorytety dla inwestycji, innowacji czy technologii. Wiele miejsca kongres poświęcił też mobilizacji przemysłu w Europie, obronności, potencjałowi militarnemu czy wykorzystywaniu przełomowych technologii. Uczestnicy debat pochyliли się także nad



tym, jak Europa reaguje na nową sytuację w świecie i bariery w handlu i jakie narzędzia są konieczne, by europejska gospodarka z powodzeniem konkurowała na globalnym rynku.

Nowe otwarcie europejskiej polityki gospodarczej i przemysłowej oraz działania w ramach polskiej prezydencji rzucały światło na kluczowe dla przyszłości obszary i trendy: transformację sektora energii i całej gospodarki, wielkie inwestycje, cyfryzację różnych dziedzin życia, międzynarodową współpracę i ekspansję gospodarczą czy rozwój regionalny.

Ważny czas: polska prezydencja w Unii Europejskiej

Kwietniowy kongres, objęty patronatem polskiej prezydencji w Unii Europejskiej, był doskonałą okazją, żeby omówić dotychczasowy przebieg i bilans prezydencji na jej półmetku. Uwaga zogniskowała się wokół strategii i priorytetów polskiego przywództwa w Radzie UE. Nie mogło zabraknąć tematów najbardziej aktualnych, jak nowy etap współpracy Unii Europejskiej ze Stanami Zjednoczonymi Ameryki, czy udział UE we wsparciu i odbudowie Ukrainy. Jak się ma

.....

w tych nowych warunkach gospodarka i jak w niestabilnym świecie działać skutecznie, prorozwojowo i odpowiedzialnie? Co oznacza zmieniająca się mapa sojuszników, partnerów i rywali i jakie są w tym kontekście perspektywy rozszerzenia Wspólnoty, co znaczą dla niej spójność i solidarność?

Kongresowi paneliści, w tym obecni na kongresie przedstawiciele polskiego rządu, przyjęli perspektywę globalną, ale pochylił się też nad gospodarką i bezpieczeństwem w skali bardziej mikro – krajów, regionów czy społeczności lokalnych.

Europejską i światową scenę polityczną na kongresie reprezentowali między innymi: Michał Baranowski, podsekretarz stanu Ministerstwa Rozwoju i Technologii; Andreas von Beckerath, ambasador Szwecji w Polsce; Stanisław Bukowiec, sekretarz stanu Ministerstwa Infrastruktury, pełnomocnik Rządu ds. przeciwdziałania wykluczeniu komunikacyjnemu; Waldemar Buda, poseł do Parlamentu Europejskiego; Jerzy Buzek, europoseł (2004–2024), przewodniczący Rady EEC; Marzena Czarnecka, minister przemysłu; Jurand Drop, podsekretarz stanu Ministerstwa Finansów; Kamila Gasiuk-Pihowicz, posłanka do Parlamentu Europejskiego; Krzysztof Galos, podsekretarz stanu, Główny Geolog Kraju Ministerstwa Klimatu i Środowiska; Krzysztof Gawkowski, wicepremier, minister cyfryzacji, pełnomocnik Rządu ds. cyberbezpieczeństwa; Marek Gzik, sekretarz stanu Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego; Hà Hoàng Hải, ambasador nadzwyczajny i pełnomocny Wietnamu w Polsce; Jacek Karnowski, sekretarz stanu Ministerstwa Funduszy i Polityki Regionalnej; Michał Kobosko, poseł do Parlamentu Europejskiego; Ivan Korčok, słowacki dyplomata, minister spraw zagranicznych i europejskich Słowacji w latach 2020–2022; Janusz Lewandowski, poseł do Parlamentu Europejskiego; Ignacy Niemczycki, sekretarz stanu Kancelarii Prezesa Rady Ministrów; Ryszard Petru, poseł na Sejm RP, Polska 2050; Dariusz Standerski, sekretarz stanu Ministerstwa Cyfryzacji; Jan Szyszko, sekretarz stanu Ministerstwa Funduszy i Polityki Regionalnej; Jadwiga Wiśniewska, poseł do Parlamentu Europejskiego; Konrad Wojnarowski, podsekretarz stanu Ministerstwa Funduszy i Polityki Regionalnej; Urszula Zielińska, sekretarz stanu Ministerstwa Klimatu i Środowiska.

Tegoroczną kongresową nowością były konferencje Ministerstwa Przemysłu w ramach polskiej prezydencji w UE. Poruszyły szerokie spektrum tematów, m.in. czy możliwe jest stworzenie europejskiego i światowego systemu bezpieczeństwa energetycznego, jak pogodzić dążenie do neutralności wobec klimatu z zapewnieniem bezpieczeństwa i jak transformacja klimatyczna wpływa na ekosystemy przemysłowe, koszty działalności gospodarczej, strategie firm, życie społeczne, naukę i sektor badawczy. W orbicie zainteresowania znajdują się zwłaszcza europejskie regiony przemysłowe i obszary zależne od energetyki konwencjonalnej w obliczu wyzwań transformacyjnych. Jakie są koszty, ryzyka i profity



wynikające z transformacji? Czy i jaką drogą regiony górnicze mogą odzyskać utraconą vitalność społeczno-gospodarczą? Uczestnicy konferencji spróbowali wspólnie zarysować zielone scenariusze dla regionów w transformacji.

Rekomendacje obecnych na kongresie przedstawicieli biznesu dotyczyły w szczególności konkurencyjnej gospodarki, m.in. w kontekście cyfrowego wyścigu technologicznego, ale też inwestycji i rozwoju, energii i transformacji, przemysłu dla bezpieczeństwa czy deregulacji i zasad tworzenia dobrej jakości prawa, sprzyjającego inwestycjom i przedsiębiorczości.

Wielowątkowość katowickiej debaty

Główne nurty tematyczne wydarzenia stanowiły kontekst także dla bardziej sektorowych dyskusji. Kongres podjął najbardziej aktualne tematy związane z ochroną zdrowia – jak np. reforma szpitali i KPO. Zajął się także rynkiem pracy i edukacją – w perspektywie np. inkluzywności czy społecznej odpowiedzialności biznesu. Wziął na tapet temat przyszłości mediów, influencer marketingu, czy związków sztuki z biznesem. Swoje miejsce w agendzie miała infrastruktura, transport i logistyka, z tematami takimi, jak niedawna powódź czy elektromobilność; budownictwo i nieruchomości, w kontekście np. rynku mieszkaniowego; przemysł spożywczy i rolnictwo z naciskiem m.in. na bezpieczeństwo żywnościowe, czy też handel, rynek i konsumentów w dobie nowych trendów.

Kongres wychodzi poza dotychczasowe ramy

Coraz większa ranga i skala największej tego rodzaju debaty w Europie Środkowo-Wschodniej przesądziła o poszerzeniu formuły kongresu i wyjściu poza przestrzeń Międzynarodowego Centrum Kongresowego. Część programu została zrealizowana w sąsiednim Spodku, tam między innymi odbyła się sesja inauguracyjna wydarzenia.

Kongresowi również w tym roku towarzyszyły gale finałowe konkursów: EEC Start-up Challenge, Top Inwestycje Komunalne czy Inwestor bez Granic. W ramach cyklu EEC Talks, na otwartej scenie odbywały się rozmowy z gośćmi: znanymi ekonomistami, politykami, dyplomatami, osobowościami świata biznesu, kultury i życia społecznego.

Współgospodarzami Europejskiego Kongresu Gospodarczego byli: Województwo Śląskie, Miasto Katowice oraz Górnośląsko-Zagłębiowska Metropolia. □

Zastosowanie procesu powlekania w projektowaniu aktywnych folii opakowaniowych

 Sabina Galus

Wprowadzenie

Opakowania do żywności są ważnym atrybutem w przemyśle spożywczym spełniając wiele oczekiwań konsumentów. Obecnie współczesny rynek opakowań jest jedną z branż, która się dynamicznie rozwija w ostatnim czasie, ponieważ są również narzędziem marketingowym, dlatego muszą być wykonane tak, żeby przykuwać uwagę odbiorców, jak również komunikować się z konsumentami (Santosh i wsp. 2021). Opakowania do żywności są przygotowane z odpowiednich materiałów, które są przeznaczone do kontaktu z żywnością (m.in. tworzywo sztuczne, szkło, papier lub tektura), dzięki temu chronią produkt i są bezpieczne dla konsumentów (Lesiów i Fołtynowicz 2018). W dzisiejszych czasach jest coraz większa świadomość na temat żywności i obecnych na rynku opakowań, jak również konsumenci unikają konserwantów i substancji dodatkowych, jednocześnie oczekując, że żywność będzie zachowywała długo swoją świeżość i jakość produktu.

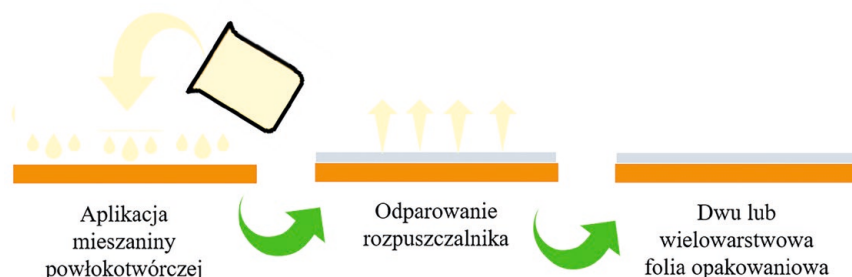
Na rynku żywności najczęstszymi opakowaniami są głównie opakowania tradycyjne, które dzielimy ze względu na rodzaj żywności i sposób ich wykorzystania. Produkowane są ze szkła, papieru, naturalnych tworzyw włókienniczych, ze skrobi i innych wielocukrów (biodegradowalne), metalu (stal i aluminium), z tworzyw sztucznych (syntetyczne polimery) i wielu materiałów biopochodnych. Przy selekcji opakowań bardzo ważny jest wybór materiału i forma konstruktywna, która da nam konkretne rezultaty. Trzeba zwrócić uwagę na właściwości i potrzeby materiału spożywczego, parametry tworzyw opakowaniowych, predyspozycje magazynowania i transportu, zasoby handlowo-reklamowe i ekonomiczne (Nahar i wsp. 2025). W związku z tym prowadzone są liczne prace badawcze nad opracowywaniem innowacyjnych

Streszczenie: W ostatnich latach obserwuje się nowe koncepcje opakowań żywności, głównie aby ograniczyć stosowanie konwencjonalnych materiałów i zaspokoić rosnący popyt na wysokiej jakości, gotowe do spożycia produkty spożywcze. Dlatego też obecne innowacje w badaniach nad opakowaniami żywności koncentrują się na opracowaniu materiałów biodegradowalnych. Nowatorskim podejściem są również modyfikacje powierzchniowe materiałów opakowaniowych, w tym technologia powlekania, w celu nadania funkcji aktywnej.

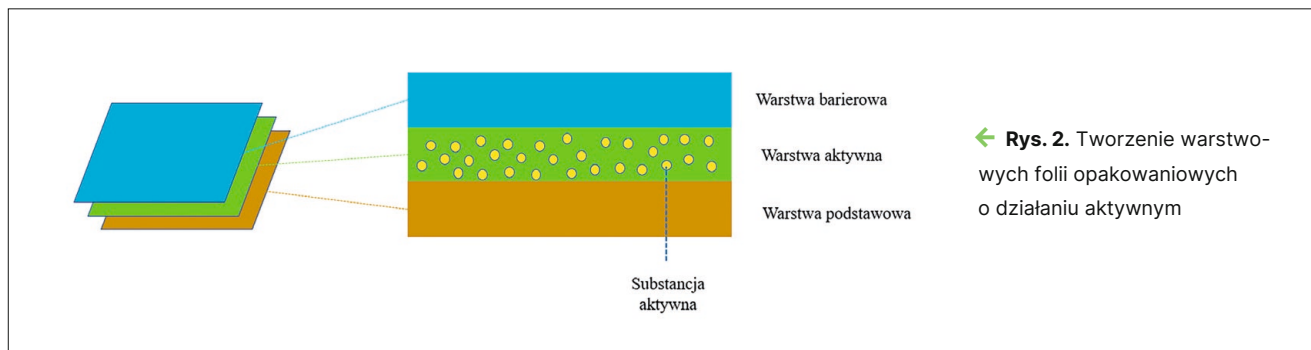
materiałów opakowaniowych do żywności, które będą spełniać różne wymagania środowiskowe jak i jakościowe.

Znaczenie opakowań w jakości żywności

Stosowane są różne metody utrwalania żywności, co poprawia jej bezpieczeństwo lub wydłuża jej okres przydatności do spożycia. Metody te obejmują między innymi ogrzewanie, mrożenie, przetwarzanie pod wysokim ciśnieniem, napromieniowanie, bezpośrednie dodawanie środków konserwujących, jak również pakowanie (Dveh i wsp. 2024). Oprócz tych metod utrwalania, opakowania żywności z dodatkiem różnego rodzaju substancji o działaniu aktywnym (przeciwutleniającym lub przeciwdrobnoustrojowym) przyciągają znaczną uwagę i zainteresowanie. Systemy opakowań żywności z dodatkiem takich środków można wykorzystać do kontrolowania mikroorganizmów powodujących psucie się (Yildirim i wsp. 2018). Mogą one oddzielać żywność od szkodliwego środowiska i hamować wzrost mikroorganizmów bez zmiany samej żywności. Ponadto opakowania aktywne



← Rys. 1. Aplikacja powłoki na folii opakowaniowej



umożliwiają również uwalnianie się środka w sposób kontrolowany lub ciągły wpływając na ograniczenia zmian jakościowych w produkcie podczas przechowywania.

Opakowania aktywne

Opakowania aktywne zmieniły całkowicie wzorzec opakowalnictwa poza funkcją ochronną, która związana była z bezpieczeństwem żywności przed szkodliwymi czynnikami zewnętrznymi, występuje również funkcja aktywna, czyli oddziaływanie na zapakowany produkt i otoczenie wewnątrz opakowania. Dzięki dodatkom aktywnym przedłużają czas przydatności żywności do sprzedaży i spożycia. Dodatkowo podtrzymują bądź nawet ulepszają walory smakowe zapakowanego produktu. Opakowania charakteryzują się tym, że wytwarzają wzajemne oddziaływania między żywnością, opakowaniem i otoczeniem. Na skutek tego, że opakowania aktywne realnie wpływają na żywność możemy ograniczyć marnowanie jedzenia (Asgher i wsp. 2020).

Opakowania żywności o właściwościach aktywnych obejmują pakowanie żywności środkami przeciwutleniającymi bądź antybakteryjnymi w celu ochrony jej przed szkodliwymi mikroorganizmami. Ogólnie rzecz biorąc, środki te można zintegrować z materiałami opakowaniowymi poprzez bezpośrednie włączenie związków aktywnych do polimerów lub nałożenie powłoki aktywnej na powierzchnie polimerów. Pierwsza opcja jest zazwyczaj osiągana poprzez technologię termicznego wytwarzania folii, taką jak formowanie kompresyjne lub wytłaczanie folii, która jest przede wszystkim odpowiednia dla substancji odpornych na ciepło. Jako technologia nietermiczna, powlekanie powierzchni opakowania jest bardziej obiecujące w porównaniu z formowaniem lub wytłaczaniem w produkcji opakowań żywności zawierających wrażliwe na ciepło substancje. Ponadto ma również zalety w porównaniu z bezpośrednim włączeniem, aby zachować właściwości masowe materiałów opakowaniowych (np. właściwości mechaniczne i fizyczne) i zminimalizować ilość środków antybakteryjnych w celu osiągnięcia wystarczającej skuteczności (Fu i wsp. 2021).

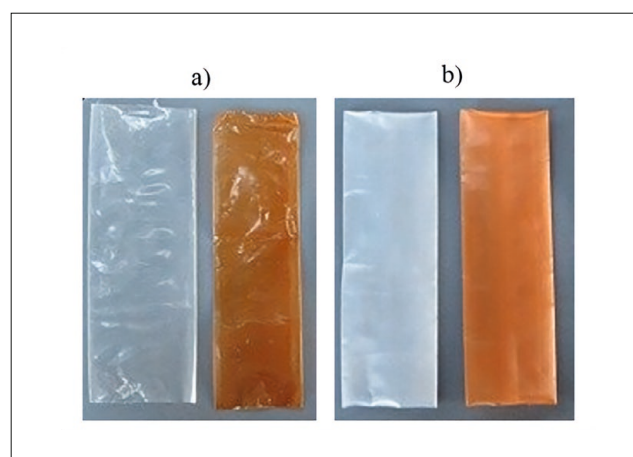
Nowy trend skupia uwagę na materiałach aktywnych, które zawierają różne dodatki, takie jak składniki odżywcze, przeciwutleniacze i substancje przeciwdrobnoustrojowe, w celu wydłużenia okresu przydatności do spożycia pakowanej żywności. Takie materiały aktywne można uzyskać różnymi technikami, na przykład poprzez włączenie substancji czynnej do

lub na powierzchnię kontaktu materiału z pakowaną żywności (Soltani Firouz i wsp. 2021). Aktywne środki do produkcji aktywnych powłok obejmują ekstrakty uzyskane ze źródeł naturalnych, takich jak produkty uboczne rolno-spożywcze, które zyskują coraz większą uwagę na całym świecie (Ahmed i wsp. 2022).

Powlekanie materiałów opakowaniowych

Modyfikacje powierzchniowe materiałów opakowaniowych stosowane mogą być w różnym celu, m.in. poprawy barierowości wobec gazów lub tłuszczu, wytrzymałości mechanicznej, zgrzewalności, jak również nadaniu funkcji aktywnej (Hassan i wsp. 2018). Jadalne powłoki są wytwarzane z jadalnego materiału, który tworzy barierę wokół żywności kontrolując przy tym przenoszenie wilgoci, przemiany fizykochemiczne, wymianę gazową i procesy utleniania na powierzchni owoców i warzyw. Sprzyjają opóźnieniu degradacji oraz zapewniają ochronę przed fizycznymi uszkodzeniami produktów spowodowanych mechanicznymi uderzeniami. Do produkcji powłok i folii jako opakowań aktywnych stosuje się biopolimery, ponieważ są łatwo dostępne, biodegradowalne oraz wykazują właściwości fizykochemiczne zbliżone do materiałów z tworzyw sztucznych (Maringgal i wsp. 2020).

Folie z polietylenu powlekane karboksymetylochitozanem, alginianem sodu i niziną jako nowe materiały opakowaniowe wpłynęły na wydłużenie okresu przydatności do spożycia róży roxburghii Tratt (Cheng i wsp. 2024). Natomiast Wang i wsp.



↑ Rys. 3. Polietylenowe folie jedno- (a) i dwuwarstwowe (b) z dodatkiem ekstraktu z kwiatów nagietka (Colín-Chávez i wsp. 2013)

(2023) zastosowali podwójne aktywne powłoki dobrze połączone ze sobą bez rozwarstwienia międzyfazowego o działaniu przeciwbakteryjnym, przeciwutleniającym i barierowym dla UV i gazów, które poprawiły funkcjonalność folii z kwasu polimlekowego (PLA). Ponadto test psucia się mleka wykazały, że aktywne folie PLA mogą odgrywać znaczącą rolę w hamowaniu pogarszania się jakości pasteryzowanego mleka i wydłużaniu jego okresu przydatności do spożycia. Dlatego aktywne folie PLA mają dobry potencjał zastosowania w dziedzinie aktywnych opakowań świeżej żywności. Fiorentini i wsp. (2024) zastosowali komercyjny ekstrakt z liści oliwnych, skuteczny przeciwko *Salmonella enterica*, *Escherichia coli*, *Listeria monocytogenes* i *Staphylococcus aureus*, do trzech różnych formułacji foliotwórczych (metyloceluloza, chitozan, i alginian, aby wytworzyć aktywne powłoki kwasu polimlekowego (PLA). Ocena powlekanych folii PLA wykazała znaczące zahamowanie wzrostu *S. aureus*, szczególnie w przypadku formułacji metylcelulozy i chitozanu wykazujących najwyższe wskaźniki zahamowania (99,7%). Następnie powłoki zostały przetestowane pod kątem zgodności z kontaktem z żywnością z trzema imitatorami żywności (A: 10% etanolu; B: 3% kwasu octowego; D2: oliwa z oliwek), wybranymi w celu oceny ich przydatności do wstępnie krojonych szynek i gotowych do spożycia warzyw w odniesieniu do ogólnej migracji. Jednakże powlekane folie z aktywnymi funkcjami wykazywały wartości migracji w symulantach A i B powyżej limitów prawnych, podczas gdy obiecujące wyniki uzyskano dla symulantu D2, podkreślając potrzebę dogłębnego zbadania wpływu tych powłok na rzeczywisty system żywnościowy. Autorzy zaobserwowali, że rodzaj powłoki wpływał na selektywne uwalnianie niektórych klas fenolowych w oparciu o testowany symulant żywności. Analiza symulantu D2 w postaci oliwy z oliwek wykazała, że powłoki z metylcelulozy i alginianu C zastosowane na foliach PLA nieznacznie spowalniały utlenianie.

Podsumowanie

Cienka warstwa materiału wzbogacona o substancję aktywną naniesiona na powierzchni materiału opakowaniowego stanowi istotny czynnik w kontrolowaniu jakości świeżych produktów spożywczych. W trakcie przechowywania aktywny składnik uwalnia się oddziałując na produkt poprzez ograniczenie zmian jakościowych, takich jak dojrzewanie lub psucie się żywności. W konsekwencji można zaobserwować wydłużenie terminu przydatności do spożycia, a więc poprawę stabilności produktu. Takie rozwiązanie jest obecnie uwzględniane przy projektowaniu opakowań przyjaznych środowisku, jak również pod kątem modyfikacji powierzchniowych tradycyjnych materiałów opakowaniowych.

Literatura

- Ahmed, M.W.; Haque, M.A.; Mohibullah, M.; Khan, M.S.I.; Islam, M.A.; Mondal, M.H.T.; Ahmmed, R. A review on active packaging for quality and safety of foods: Current trends, applications, prospects and challenges. *Food Packaging and Shelf Life* 2022, 33, 100913.
- Asgher, M.; Qamar, S.A.; Bilal, M.; Iqbal, H.M.N. Bio-based active food packaging materials: Sustainable alternative to conventional petrochemical-based packaging materials. *Food Res Int* 2020, 137, 109625.
- Cheng, L.; Li, X.; An, S.; Liu, Z.; Liu, Y.; Ren, D. Preparation and characterization of polyethylene-based composite films coated with carboxymethyl chitosan/sodium alginate/nisin and application in the packaging of *Rosa roxburghii* Tratt. *Food Packaging and Shelf Life* 2024, 43.
- Dweh, T.J.; Nayak, J.; Rout, P.; Parween, A. (2024). *Food Storage and Preservation*, 102–115.
- Florentini, C.; Leni, G.; de Apodaca, E. D., Fernández-de-Castro, L., Rocchetti, G., Cortimiglia, C., Spigno, G., & Bassani, A. (2024). Development of Coated PLA Films Containing a Commercial Olive Leaf Extract for the Food Packaging Sector. *Antioxidants*, 13(5), 519.
- Fu, Y.; Dudley, E.G. Antimicrobial-coated films as food packaging: A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* 2021, 20, 3404–3437.
- Hassan, B.; Chatha, S.A.S.; Hussain, A.I.; Zia, K.M.; Akhtar, N. Recent advances on polysaccharides, lipids and protein based edible films and coatings: A review. *International Journal of Biological Macromolecules* 2018, 109, 1095–1107.
- Lesiów T., Foltynowicz Z. 2018: Opakowania funkcjonalne w żywności. *Nauki Inżynierskie i Technologie*, 1(28), 32–41.
- Maringgal, B.; Hashim, N.; Tawakkal, I.S.M.A.; Mohamed, M.T.M. Recent advance in edible coating and its effect on fresh/fresh-cut fruits quality. *Trends in Food Science & Technology* 2020, 96, 253–267.
- Nahar, L.; Habibi, E.; Gavril, G.-L.; Abdelfattah, G.M.M.; Wrona, M.; Nerín, C.; Guo, M.; Sarker, S.D. Towards sustainable food packaging using natural compounds: A review of current research update. *Food and Bioproducts Processing* 2025, 150, 260–274.
- Santhosh, R.; Nath, D.; Sarkar, P. Novel food packaging materials including plant-based byproducts: A review. *Trends in Food Science & Technology* 2021, 118, 471–489.
- Soltani Firouz, M.; Mohi-Alden, K.; Omid, M. A critical review on intelligent and active packaging in the food industry: Research and development. *Food Research International* 2021, 141, 110113.
- Wang, C.; Mao, L.; Yao, J.; Zhu, H. Improving the active food packaging function of poly(lactic acid) film coated by poly(vinyl alcohol) based on proanthocyanidin functionalized layered clay. *LWT* 2023, 174, 114407.
- Yildirim, S.; Röcker, B.; Pettersen, M.K.; Nilsen-Nygaard, J.; Ayhan, Z.; Rutkaite, R.; Radusin, T.; Suminska, P.; Marcos, B.; Coma, V. Active Packaging Applications for Food. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* 2018, 17, 165–199.

 **Sabina Galus** – Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji, Instytut Nauk o Żywności, Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

Propozycja szybkiej metody oznaczania wody w wybranym produkcie tłuszczowym typu margaryna

Małgorzata Kowalska, Sławomir Janas

Wprowadzenie

Parametry jakościowe oraz użytkowe wielu produktów spożywczych są zależne od zawartości wody w gotowym produkcie [2]. Informacja o jej zawartości pozwala na określenie kilku ważnych cech gotowego produktu, takich jak np. stabilność mikrobiologiczna w czasie, czystość, spełnienie wymagań prawnych lub branżowych, możliwość zastosowania w procesie technologicznym itd. Tym samym informację o zawartości wody, jaka znajduje się w próbce, można wykorzystywać w wielu różnych aspektach, również i tych prawnych.

W tłuszczowych produktach spożywczych bądź samych tłuszczach obecność wody wpływa bezpośrednio na jakość tych produktów. Niektórzy autorzy również twierdzą, że nasiona roślin oleistych charakteryzujące się wysoką wilgotnością należy uznać jako niedoskonałe, czyli jakościowo nieodpowiednie do procesu technologicznego, w wyniku którego otrzymuje się docelowo olej [14]. Według tych samych autorów nasiona takie są źródłem zachodzących w nim przemian hydrolitycznych i oksydacyjnych, a tym samym przyczyniają się do otrzymania oleju niskiej jakości, charakteryzującego się niską stabilnością oksydacyjną. Inni autorzy twierdzą, że obecność wody w tłuszczu przyczynia się do hydrolizy tych związków, a więc zmniejszeniem właściwej frakcji triacyloglicerolowej z jednoczesnym wzrostem takich związków jak mono- i diacyloglicerole oraz wolne kwasy tłuszczowe [5]. Znajomość tego parametru zatem pozwala na ocenę jakości produktu tłuszczowego pod względem technologicznym, żywieniowym, a także aplikacyjnym.

Przeprowadzanie badań dotyczących zawartości wody w tłuszczowym produkcie spożywczym ma na celu uzyskanie informacji dokładnej, precyzyjnej, powtarzalnej. Niejednokrotnie oznacza to długi czas badania. Jednak postępowanie takie jest zgodne z procedurami i przepisami, które stanowią normy, standardy czy też akty normatywne dotyczące danego produktu. Ogólnie można wymienić kilka etapów podczas postępowania analitycznego. Są to: pobór próbki, przygotowanie do analizy, pomiar, opracowanie wyników, sprawozdanie (raport). Biorąc pod uwagę oznaczanie zawartości wody w produktach czy substratach spożywczych, mamy do czynienia z tymi samymi czynnościami, które w całości pozwalają uzyskać wynik ostateczny. W skład badania zawartości wody wchodzi takie czynności, jak: pobranie próbki, przygotowanie próbki do suszenia, suszenie w ustalonych warunkach oraz dosuszanie. Niestety, często tego rodzaju oznaczenie

Streszczenie: Jednym z parametrów określających jakość tłuszczów czy tłuszczowych produktów spożywczych jest zawartość wody. Celem pracy jest pokazanie alternatywnej metody oznaczania wody w produktach tłuszczowych. Zawartość wody dla wybranej margaryny zbadano metodą znormalizowaną. Tłuszcz suszono z wykorzystaniem pumeksu jako podłoża w temperaturze 102°C. Otrzymano zawartość wody w margarynie 19,33%. Następnie tę samą próbkę suszono, wykorzystując wagosuszarkę. Zastosowano przy tym dwa typy podłoża nośnego: pumeks oraz piasek kwarcowy. Zawartość wody jaką otrzymano z wykorzystaniem wagosuszarki to 19,83% (podłoże – pumeks), 19,30% (podłoże – piasek). Porównano również całkowity czas potrzebny na zrealizowanie jednostkowego badania, który dla metody znormalizowanej wynosił średnio 3 godziny, dla metody z wykorzystaniem wagosuszarki – 27 minut (podłoże – pumeks) i 17 minut (podłoże – piasek kwarcowy).

Słowa kluczowe: margaryna, zawartość wody, proces suszenia, wilgotność, wagosuszarka

wymaga bardzo długiego czasu – rzędu 2–3 godzin [7, 10]. Proces pobrania i przygotowania próbki może wymagać jej rozdrobnienia, homogenizacji lub innej czynności zalecanej przez normę. Naczynia wagowe są suszone do uzyskania stałej masy, a następnie stabilizowane termicznie do warunków otoczenia. Zalecany czas suszenia próbki analitycznej – jak wspomniano wcześniej – wynosi kilka godzin, jednak może on być dłuższy, jeżeli po tym okresie nie uzyskuje się stabilności masy końcowej próbki [7]. Pewnym alternatywnym rozwiązaniem są tzw. metody techniczne, które skracają czas analizy do około 1–2 godzin [8]. Są to metody stosowane przez laboratoria oceniające zawartość wody dla próbek pobranych bezpośrednio z produkcji. Wiedza taka pozwala często technologom na szybką reakcję i niedopuszczenie do uzyskania wadliwego produktu bądź produktu o zdecydowanie krótszym terminie przydatności do spożycia. Zatem umiejętne sterowanie procesem poprzez odpowiednie kontrole międzyprocesowe jest możliwe tylko wtedy, kiedy wynik takiej kontroli otrzymujemy szybciej niż w standardowych oznaczeniach laboratoryjnych. Przedstawione powyżej rozwiązania wymagają nie tylko biegłości i znajomości badanego

produktu, ale przede wszystkim odpowiedniego zaplecza technicznego. W bardzo ogólnym ujęciu proces taki składa się z dwukrotnego ważenia i suszenia oraz procesu dosuszania. Zaproponowane rozwiązanie przedstawia rysunek 1.

Zasadniczą wadą takiego rozwiązania jest konieczność posiadania dwóch niezależnych systemów, które muszą działać dokładnie. Jest to waga, czyli urządzenie działające w zakresie pomiaru masy próbki, oraz suszarka laboratoryjna, działająca w zakresie dokładności i stabilności temperatury suszenia. Poza tym, istotnym elementem świadczącym o spójności pomiarowej tych dwóch wspólnie działających systemów są charakterystyki zastosowanych urządzeń, czyli świadectwa wzorcowania wydane przez laboratorium akredytowane.

Alternatywnym systemem stosowanym przez wielu użytkowników dla oznaczeń zawartości wody jest wagosuszarka. Łączy ona w sobie obie cechy poprzednio opisanego rozwiązania, mierząc masę próbki w czasie jej suszenia. Jest to urządzenie mobilne o niedużych gabarytach, w którym najczęściej element grzewczy jest zabudowany ponad szalką wagi. Pozwala to w trybie ciągłym ważyć i ogrzewać próbkę, a na podstawie uzyskanych wyników wyliczyć zawartość wody, według poniższej zależności:

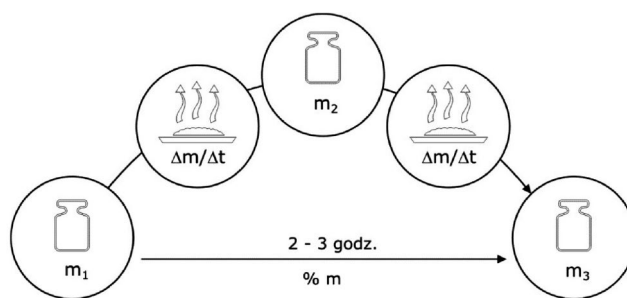
$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100 \%$$

gdzie:

- w – zawartość wody w próbce
- m_1 – masa początkowa próbki
- m_2 – masa końcowa próbki.

Na rysunku 2 przedstawiono schematycznie zasadę działania wagosuszarki.

W przypadku wagosuszarki ciepło jest transmitowane do próbki poprzez promieniowanie oraz ogrzewanie konwekcyjne. Pozwala to znacznie skrócić czas suszenia nawet do 50% względem metod znormalizowanych, które wykorzystują tylko ogrzewanie konwekcyjne [9]. Z tego też powodu wielu użytkowników metod znormalizowanych i technicznych zastępuje je znacznie krótszymi metodami wykorzystującymi jako narzędzie wagosuszarkę. W bardzo ogólnym ujęciu obydwa systemy (znormalizowany oraz wagosuszarka) wydają się być do siebie podobne (ważenie, suszenie, ważenie). Kierując się tymi zasadami, część użytkowników przenosi parametry suszenia z metody normatywnej do wagosuszarki. Często prowadzi to do uzyskiwania wyników nieoczekiwanych, niepożądanych, jak również takich, które dyskwalifikują produkt. Obserwowane odchylenia w uzyskiwanych wynikach są głównie efektem odmiennej konstrukcji obydwu systemów pomiarowych, a co za tym idzie – innych mechanizmów w dostarczaniu ciepła do próbki, głównie promieniowania podczerwonego IR lamp grzejnych [8]. Na rysunku 3 przedstawiono różnice pomiędzy transmisją ciepła na sposób konwekcyjny (a) oraz skojarzony konwekcyjny z promieniowaniem (b). Próbkę (a), suszoną według zaleceń normatywnych, otrzymuje ciepło wyłącznie poprzez konwekcję, więc



↑ Rys. 1. Ogólny schemat badania zawartości wody próbki metodą znormalizowaną.

Legenda:

m_1 – masa początkowa próbki analitycznej

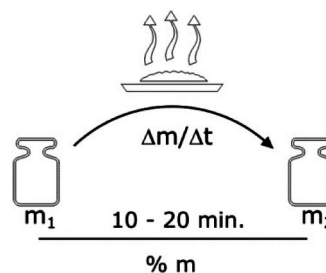
m_2 – masa próbki analitycznej po pierwszym suszeniu

m_3 – masa próbki analitycznej po dosuszaniu

$\%m$ – zawartość wody w próbce analitycznej

$\Delta m/\Delta t$ – zmiana masy próbki analitycznej podczas jej ogrzewania

Źródło: opracowanie własne



↑ Rys. 2. Schemat działania wagosuszarki.

Legenda:

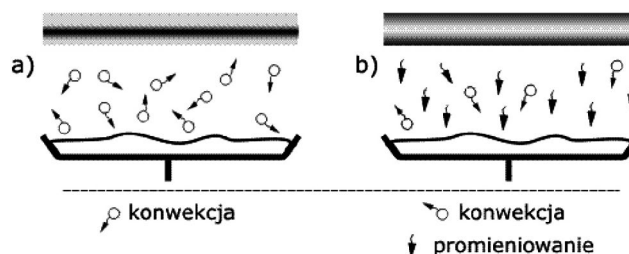
m_1 – masa początkowa próbki analitycznej

m_2 – masa końcowa próbki analitycznej

$\%m$ – zawartość wody w próbce analitycznej

$\Delta m/\Delta t$ – zmiana masy próbki analitycznej podczas jej ogrzewania

Źródło: opracowanie własne



↑ Rys. 3. Transmisja ciepła do próbki

Źródło: opracowanie własne

ogrzewa się powoli – od warstw powierzchniowych do wnętrza. Natomiast próbka (b), suszona przez wagosuszarkę, jest penetrowana przez promieniowanie podczerwone, co znacznie przyspiesza proces usuwania wody z próbki.

Walidacja systemów pomiarowych

wyjściowy dla procesów suszenia, jakie mogą być wykonywane za pomocą wagosuszarki. Traktuje się to jako „zaplanowany wynik”, czyli taki, który powinno się uzyskać w wyniku walidacji metody suszenia (rys. 4).

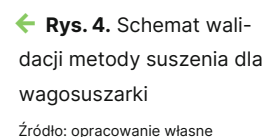
Z rysunku nr 4 wynika, że proces walidacji może wykorzystywać informacje będące wynikiem badania próbki referencyjnej lub informacje pochodzące z certyfikatu tej próbki. Preferuje się zazwyczaj to pierwsze rozwiązanie. Informacja o zawartości wody, jaką podaje certyfikat, powinna być uzupełniona o nazwę metody, jaka była zastosowana podczas badania.

W pracy wykorzystano margarynę typu MR o zawartości tłuszczu 80%, produkcji krajowej ZT Kruszwica, która jest dostępna w powszechnej sieci dystrybucji.

W próbce oznaczono zawartość wody zgodnie z wytycznymi normy [10]. Odpowiednio przygotowane próbki były suszone wraz z pumeksem w temperaturze 102°C. Wraz z badaną próbką przeprowadzono badanie dla tzw. „próby ślepej”. Celem przeprowadzenia badania ślepej próby było wyeliminowanie wpływu higroskopijności pumeksu na wynik oznaczenia. Pumeks został wykorzystany jako podłoże, na którym suszona była próbka. Zawartość wody została wyliczona z poniższej zależności:

$$w_m = \frac{(m_2 - m_4) - (m_1 - m_3)}{(m_2 - m_0)} \times 100 \%$$

- w_m – zawartość wody w próbce, wyrażona jako ułamek masy w procentach
- m_0 – masa przygotowanego naczynia w gramach
- m_1 – masa przygotowanego naczynia, użytego w próbie „ślepej” przed suszeniem w gramach
- m_2 – masa próbki analitycznej i naczynia przed suszeniem w gramach
- m_3 – masa naczynia użytego w próbie „ślepej” po suszeniu w gramach
- m_4 – masa próbki analitycznej i naczynia po suszeniu w gramach



Źródło: opracowanie własne

Metoda wagosuszarkowa

Urządzeniem, które wykorzystano w czasie badań była wagosuszarka serii MAR 110.R2 produkcji Radwag Wagi Elektroniczne, Radom, Polska. Z informacji producenta wynika, że działka elementarna dla pomiaru wilgotności (zawartości wody) wynosi 0,001%, temperatura suszenia posiada możliwość regulacji w zakresie od 40°C do 160°C z interwałem 1°C, a masa próbki jest analizowana w sposób ciągły w całym cyklu pomiarowym. W początkowej fazie badań zastosowano taką samą metodę suszenia jak w metodzie znormalizowanej [10]. Jako podłoża dla badanej próbki użyto pumeksu w ilości około 20 g, który wstępnie suszono w wagosuszarce MAR 110. R2 do uzyskania stałej masy. Na wstępnie wysuszonym podłożu umieszczono próbkę margaryny i suszono ją w temperaturze 105°C przy wybranym kryterium zakończenia 1 mg/60 sekund. Na tym etapie badań sprawdzono również dynamikę chłonięcia wilgoci przez wysuszony pumeks. Wysuszoną próbkę umieszczono na szalce wagi analitycznej, której działka elementarna wynosiła 0,1 mg. W trybie ciągłym z interwałem 10 sekund rejestrowano automatycznie zmienność masy próbki.

Rezultaty i dyskusja wyników

Zawartość wody w badanej próbce sprawdzono z wykorzystaniem trzech metod. W każdej z nich mierzono zmiany masy próbki suszonej w stałej temperaturze 102–105°C. Otrzymano zbieżność wyników w zakresie zawartości wody w produkcie (tabela 1).

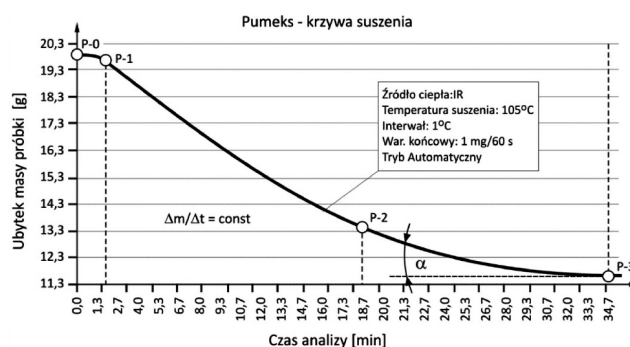
Badanie normatywne wykazało, że zawartość wody w margarynie wynosi 19,33%. Otrzymany wynik przyjęto jako wartość referencyjną dla dalszych testów z wykorzystaniem wagosuszarki. Zastosowanie w metodzie wagosuszarkowej pumeksu jako podłoża nośnego wymagało jego wstępnego suszenia. Średni czas suszenia pumeksu za pomocą wagosuszarki w temperaturze 102°C wynosił 34 minuty, przy średniej zawartości wody 42,52%. Ubytek masy pumeksu w trakcie jego suszenia przedstawiono na rysunku 5.

W początkowej fazie suszenia (krzywa w zakresie P-0, P1) zaobserwowano niewielkie nachylenie krzywej suszenia. Wynikało ono z małej ilości energii cieplnej, jaka została dostarczana w tym czasie do próbki, a także istotne znaczenie miał proces nagrzewania powierzchni próbki. Część energii emitowanej przez element grzewczy jest absorbowana również przez elementy konstrukcyjne komory suszenia. Zadana temperatura suszenia jest osiągana po czasie około 60 sekund, czyli nieco powyżej punktu P-1. Po przekroczeniu punktu P-1 zaobserwowano znaczne zwiększenie dynamiki oddawania wilgoci z próbki. Proces ten można przyspieszyć, zwiększając temperaturę suszenia. Istnieje jednak realne niebezpieczeństwo częściowego spalania próbki, uzyskanie stałej masy końcowej próbki okazałoby się wtedy niemożliwe. W zakresie punktów P-1, P-2 zaobserwowano stałą zmianę masy próbki w czasie. Jest to okres, w którym usuwana jest największa ilość wody z próbki. Poniżej punktu P-2 zaobserwowano zmianę charakteru krzywej suszenia. Przebieg krzywej kształtem przypominał linię prostą. Rejestrowany ubytek masy

↓ **Tabela 1.** Zestawienie wyników zawartości wody oraz czasów suszenia

	PN -EN ISO 3727-1	Wagosuszarka MAR 110.R2 (podłoże granulowany pumeks)	Wagosuszarka MAR110.R2 (podłoże piasek kwarcowy)
Zawartość wody [%]	19,33	19,83	19,30
Czas analizy [min]	150–180	27	17

Źródło: opracowanie własne

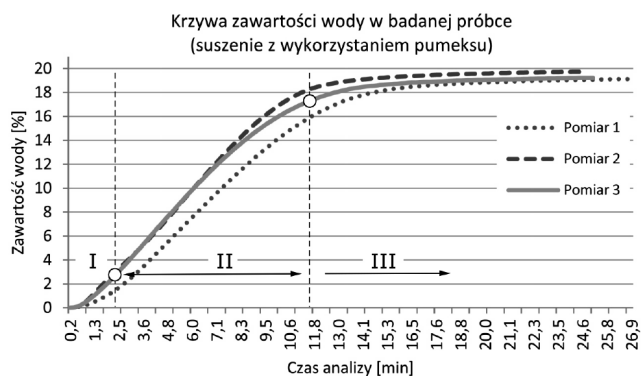


↑ **Rys. 5.** Krzywa suszenia pumeksu

Źródło: opracowanie własne

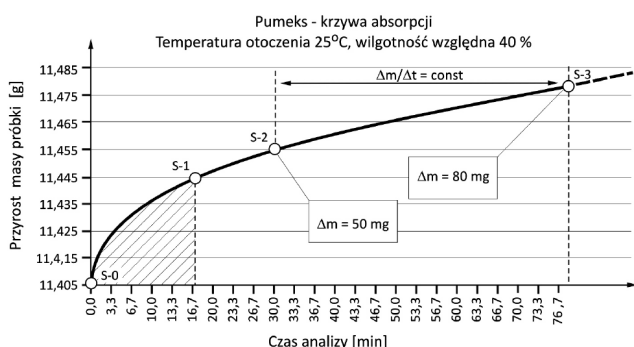
w założonych odstępach czasu był coraz mniejszy. Punkt P-3 krzywej suszenia to punkt, w którym nastąpił koniec procesu suszenia, w którym uzyskano stałą masę próbki. Pojęcie stałości masy oznacza niezmiennosc jej masy w zakresie 1 mg w czasie 60 sekund. Jest to warunek zakończenia procesu suszenia określany przez opcję Auto zakończenia nr 3 wagosuszarki. Na wstępnie wysuszonym podłożu (pumeksie) umieszczono około 5 g badanej próbki, którą następnie poddano procesowi suszenia wg przyjętego schematu: profil suszenia standardowy, temperatura suszenia 105°C, warunki zakończenia procesu suszenia jako kontrola zmiany masy 1 mg w czasie 60 sekund. Otrzymano średni wynik zawartości wody w badanej próbce 19,83%. Czas analizy, przy założonych powyżej parametrach suszenia, wyniósł około 27 minut. Przebieg tego procesu przedstawiono na rysunku 6.

Na podstawie uzyskanych wyników (krzywych suszenia) stwierdzono, że cały cykl badania składał się z trzech etapów. Na wykresie oznaczono je symbolami I, II, III. W początkowym okresie suszenia (I) zaobserwowano niewielkie opóźnienie w procesie uwalniania wody. Wynikało to z czasu, jaki był potrzebny do zwiększenia temperatury powierzchni próbki do takiego stanu, w którym można już rejestrować ubytki masy. W obszarze oznaczonym jako (II) zaobserwowano ustaloną dynamiką uwalniania wody, co pozwalało sądzić, że próbka jest ogrzewana równomiernie, a jej temperatura osiągnęła ustalony stan termiczny. W ostatnim etapie suszenia (III) zaobserwowano duży spadek dynamiki uwalniania wody aż do momentu ustalenia stabilności masy końcowej dla ustalonego warunku, tzn. 1 mg/60 sekund.



↑ Rys. 6. Krzywa suszenia próbki margaryny z wykorzystaniem pumeksu jako podłoża nośnego

Źródło: opracowanie własne

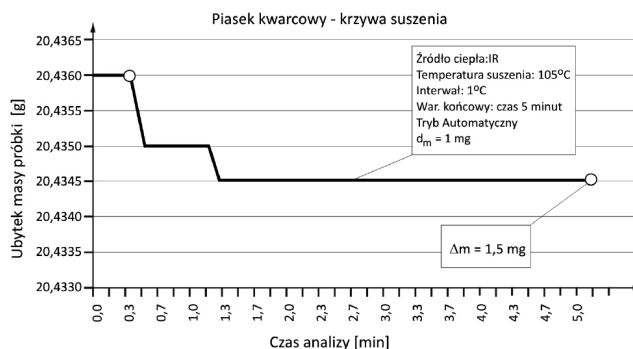


↑ Rys. 7. Krzywa absorpcji wilgotności przez wysuszony pumeks

Źródło: opracowanie własne

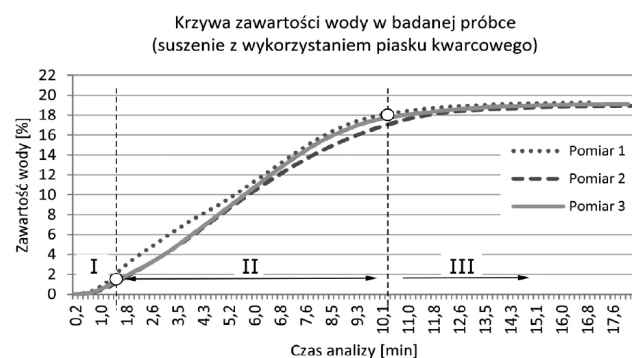
Stwierdzono, że całkowity czas analizy wynosił około 60 minut, głównie w wyniku suszenia wstępnego pumeksu. Wylimitowanie tego etapu pozwoliłoby na znaczne skrócenie całkowitego czasu analizy. Warunkiem koniecznym było zatem sprawdzenie stabilności masy wysuszonego pumeksu w czasie. Zrealizowano to poprzez automatyczny pomiar jego masy z interwałem 10 sekund. W czasie około 70 minut zarejestrowano przyrost masy w wielkości 80 mg. Dynamikę tego procesu przedstawiono na rysunku 7.

Punkt S-0 wskazywał początek procesu absorpcji, względem którego rejestrowano kolejne przyrosty masy próbki. Na podstawie wyznaczonej krzywej absorpcji stwierdzono, że po czasie około 17 minut (krzywa między punktami S-0, S-1) następowała stabilizacja szybkości absorpcji. Krzywa wyznaczona punktami S-1, S-2, S-3 cechowała się stałym przyrostem masy próbki. Dla tego zakresu stwierdzono stałą wartość wzrostu masy próbki w czasie jako 0,2 mg/10 sekund. Taka dynamika utrzymywała się w całym okresie badania pomiędzy punktami S-1, S-3. Obserwacja krzywej absorpcji w pobliżu punktu końcowego S-3 pozwoliła stwierdzić, że proces ten nie miał tendencji do stabilizacji. Można przypuszczać, że czas jego trwania mógł osiągać wartość godzin. Znaczne ograniczenie tego zjawiska można otrzymać poprzez umieszczenie i przechowywanie próbki w zamkniętym



↑ Rys. 8. Krzywa suszenia piasku kwarcowego

Źródło: opracowanie własne



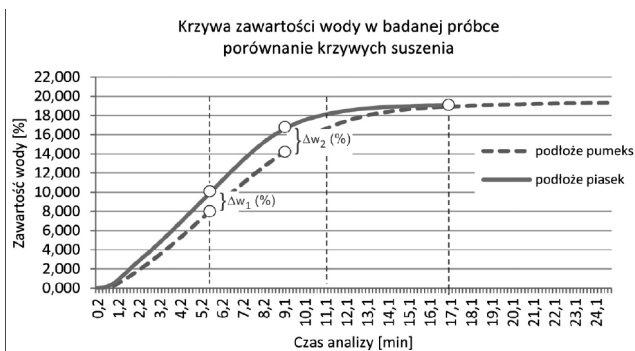
↑ Rys. 9. Krzywa suszenia margaryny z wykorzystaniem piasku kwarcowego jako podłoża nośnego

Źródło: opracowanie własne

pojemniku. Pozornie wydaje się to rozwiązanie za wystarczające, jednak należy zaznaczyć, że nie eliminuje ono całkowicie efektu absorpcji wilgoci przez podłoże (pumeks). Suszenie próbki docelowej na niecałkowicie suchym podłożu powoduje niestety zafałszowanie wyniku końcowego, dlatego suszenie wstępne pumeksu jest koniecznością. Poza aspektem czysto metrologicznym (błąd pomiaru) należy stwierdzić, że istnieje również aspekt ekonomiczny. Dotyczy on czasu niezbędnego na wysuszenie pumeksu oraz energii, którą należy dostarczyć w tym celu.

Alternatywnie taką samą analizę zrealizowano, zmieniając typ podłoża z pumeksu na piasek kwarcowy, niewykazujący cech higroskopijności. Poprawność tego założenia sprawdzono poprzez suszenie masy około 20 g piasku w czasie 5 minut. Wyniki z tego badania przedstawiono na rysunku 8.

Działka elementarna dla pomiaru masy wagosuszarki wynosiła 1 mg, natomiast całkowity ubytek masy próbki około 20 g piasku kwarcowego suszonego w temperaturze 105°C w czasie 5 minut wynosił tylko 1,5 mg. Krzywa suszenia już po czasie około 90 sekund miała wartość stałą, a rejestrowany ubytek masy piasku kwarcowego mógł wynikać ze zjawisk cieplnych, jakie występują wewnątrz komory suszenia (efekt unoszenia szalki). Z wykresu zaobserwowano, że możliwe jest utrzymanie stabilności masy próbki (piasku) podczas



↑ **Rys. 10.** Porównanie krzywych suszenia margaryny przy zastosowaniu różnego typu podłoża nośnego Źródło: opracowanie własne

jego ogrzewania. To z kolei prowadzi do wniosku, że suszenie wstępne piasku jako podłoża nie jest konieczne, co pozwala skrócić całkowity czas badania próbki margaryny.

Dla tak przygotowanego i zrealizowanego eksperymentu, proces suszenia margaryny na piasku kwarcowym wynosił 17 minut. Średnia zawartość wody wyniosła 19,30% (rys. 9).

Na podstawie rysunku 9 stwierdzono, że proces suszenia składa się z trzech etapów, podobnie jak w przypadku, gdy podłożem nośnym był pumeks. Zauważono również, że istnieje dość wyraźna różnica w czasach suszenia. W przypadku gdy podłożem był piasek kwarcowy, to czas suszenia wynosił około 17 minut, czyli był krótszy o 10 minut względem podłoża, jakim był pumeks. Analizując wyniki zawartości wody przedstawione na wykresie 8 i 9, stwierdzono, że są one ze sobą zbieżne, niezależnie od użytego podłoża nośnego. W trakcie badań uzyskano czasy odpowiednio 17 minut oraz 27 minut. Tak krótki (względem metody znormalizowanej) czas analizy wynika z zastosowania innego czynnika przenoszenia ciepła do próbki. Dominującym w tym przypadku jest promieniowanie podczerwone, które powoduje szybsze nagrzewanie całej objętości próbki [4]. Drugim aspektem jest dynamika narastania temperatury wnętrza komory suszenia. Po upływie około 90 sekund osiąga ona docelową wartość, tj. 105°C. Pomimo tego samego źródła ciepła, zaobserwowano różnice w dynamice narastania krzywych suszenia margaryny w przypadku zastosowania podłoża pumeksu i piasku kwarcowego (rys. 10).

W początkowej fazie suszenia zaobserwowano dużą dynamikę uwalniania wilgoci z próbki. Jest to związane z dużą ilością energii, jaka była dostarczana do powierzchni próbki. Z upływem czasu krzywa suszenia traci swoją dynamikę, głównie z powodu mniejszej dawki energii, jaką emituje wagosuszarka oraz znacznie mniejszej ilości wody, która pozostaje w próbce. Pomimo tej samej temperatury suszenia próbki zaobserwowano, że dla techniki z użyciem piasku uzyskano większą dynamikę narastania krzywej suszenia niż dla techniki z użyciem pumeksu. Różnica w wynikach zawartości wody Dw_1 oraz Dw_1 mierzonej w tym samym momencie wyniosła około 2%. Zdaniem autorów było to efektem lepszej absorpcji ciepła przez podłoże z piasku kwarcowego.

Najdłuższy czas suszenia stwierdzono dla metody znormalizowanej PN-EN. W tej metodzie próbka była ogrzewana tylko poprzez konwekcyjny ruch powietrza. Do podobnych rezultatów doszli autorzy A. Wiktor i in. [12], którzy stwierdzili, że proces suszenia mięszu jabłka jest dłuższy o 48%, niż wykorzystując suszenie kombinowane. Podobne zależności podaje D. Witrowa [13] dla suszenia ziemniaka, marchwi i jabłka. Wynik zawartości wody w margarynie, jaki otrzymuje się metodą znormalizowaną, uznaje się za dokładniejszy względem wyników uzyskiwanych innymi metodami. Jednakże czas, w jakim otrzymuje się ten wynik, jest niestety znacznie dłuższy, co nie pozwala na zastosowanie tej metody do szybkich oznaczeń próbek pobranych bezpośrednio z produkcji [1]. Suszenie próbek metodą konwekcyjną cechuje się najdłuższym czasem co wynika ze sposobu transmisji ciepła w obrębie próbki [6,11]. Zastosowanie do oznaczenia zawartości wody wagosuszarki znacznie skraca czas suszenia, co jednocześnie uatrakcyjnia metodę, czyniąc ją ekonomicznie zasadną. Badając zawartość wody w margarynie według metody podanej w normie PN-EN ISO 3727-1, otrzymano 19,33%. Metodą alternatywną z użyciem wagosuszarki oraz podłoża z pumeksu otrzymano zawartość wody 19,83%, a dla podłoża z piasku kwarcowego 19,30%. Otrzymane wartości są zbieżne z wynikiem referencyjnym. Poprzez serię testów można doprowadzić do lepszej optymalizacji metodyki suszenia dla wagosuszarki.

Podsumowanie

Zaproponowana metodyka (zamiana podłoża: z pumeksu na piasek kwarcowy) pozwala znacznie skrócić czas suszenia, do około 17 minut. Jest to rozwiązanie preferowane jako docelowe dla tego typu testów. Elementy zmienne przy porównywaniu metod leżą tylko i wyłącznie po stronie wagosuszarki, co jest przedmiotem tzw. optymalizacji parametrów suszenia. Poprzez serię testów można wypracować taką metodykę, głównie w zakresie temperatury suszenia oraz kryterium zakończenia procesu suszenia, która pozwoli uzyskiwać dokładniejsze wyniki w krótszym czasie – około 13 minut. Udowodniono, że metoda oznaczania zawartości wody za pomocą wagosuszarki może być używana w miejsce metody znormalizowanej PN-EN 3727-1.

W pracy wykazano, że dokładność metody wagosuszkowej – rozumianej jako zbieżność jej wyniku z wynikiem otrzymanym metodą znormalizowaną – jest wystarczająca. Uzyskanie dokładniejszych wyników zaproponowaną metodą wymaga zmiany parametrów suszenia podczas przeprowadzania walidacji metody.

Potwierdzono, że podczas testów powinno się stosować podłoże z piasku kwarcowego, celem zwiększenia czynnej powierzchni parowania badanej próbki. Pumeks uznano jako podłoże o wysokiej higroskopijności, co narzucało prowadzenie wstępnego suszenia w przypadku wagosuszarki i jednocześnie generowało dłuższy cykl pomiarowy. Metoda oznaczania wilgoci wykorzystująca wagosuszkę dla przykładowego produktu tłuszczowego jest metodą wiarygodną, krótką, powtarzalną. Zdaniem autorów jest to narzędzie,

które śmiało można wykorzystywać przy szybkich międzyprocesowych czy końcowych oznaczeniach jakościowych dla spożywczych produktów tłuszczowych.

Literatura

- [1] Bilska Agnieszka, Krystyna Krysztosiak, Piotr Komorowski. 2002. „Zastosowanie spektroskopii odbiciowej w zakresie bliskiej podczerwieni do oznaczania zawartości wody w maśle”. *Technologia Alimenteria* 1 (2): 109–113.
- [2] Czechowska-Liszka Maria. 2005. „Badanie i ocena jakości różnych rodzajów masła dostępnego na rynku”. *Zeszyty Naukowe Akademii Ekonomicznej w Krakowie* 678: 177–187.
- [3] Dziennik Ustaw 1979. 2015. Rozporządzenie Ministra Zdrowia w sprawie wymagań Dobrej Praktyki Wytwarzania.
- [4] Grdzelišvili Gulnara, Pavel Hoffman. 2013. „Infrared drying of appleslices” *Inżynieria Przetwórstwa Spożywczego* 1 (4):2013.
- [5] Kowalska Małgorzata, Anna Zbikowska, Bolesław Kowalski. 2014. „The properties of water based emulsions formed from enzymatically interesterified blends of mutton tallow and rapeseed oil”. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 91: 1703–1710.
- [6] Kowalski Stefan, Joanna Łechtańska, Dominik Mierzwa. 2013. „Aspekt jakościowy suszenia hybrydowego owoców wiśni”. *Inżynieria i Aparatura Chemiczna* 52 (5): 439–440.
- [7] Kumirska Jolanta, Marek Gołębiowski, Monika Paszkiewicz, Anna Bychowska. 2010. Skrypt z ochrony środowiska, „Analiza żywności”. Wydawnictwo Uniwersytetu Gdańskiego.
- [8] Nowak Dorota. 2005. „Promieniowanie podczerwone jako źródło ciepła w procesach technologicznych”. *Przemysł Spożywczy* 59 (5–6): 2005.
- [9] PN-A-74252. 1998. Wyroby i półprodukty ciastkarskie. Metody badań.
- [10] PN-EN ISO 3727-1. 2004. Masło. Oznaczenie zawartości wody, suchej masy beztłuszczowej i tłuszczu.
- [11] Samborska Katarzyna. 2004. Praca doktorska: „Wpływ procesu suszenia rozpyłowego na degradację preparatu a-amylazy z *Aspergillus oryzae*”. Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego, Wydział Technologii Żywności.
- [12] Wiktor Artur, Małgorzata Nowacka, Magdalena Śledź, Magdalena Selke, Dorota Witrowa-Rajchert. 2012. „Kinetyka suszenia konwekcyjnego wspomaganego ogrzewaniem mikrofalowym miększu jabłka – dobór modelu matematycznego”. *Nauki inżynierskie i technologie* 4(7):2012.
- [13] Witrowa-Rajchert Dorota. 2009. Ekspertyza „Nowe trendy w suszeniu żywności”. Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji, Wydział Nauk o Żywności, SGGW.
- [14] Wroniak Małgorzata, Aleksandra Ptaszek, Katarzyna Ratusz. 2013. „Ocena wpływu warunków tłoczenia w prasie ślimakowej na jakość i skład chemiczny olejów rzepakowych”. *Żywność. Nauka. Technologia. Jakość* 1 (86): 92–104.

Dr hab. inż. Małgorzata Kowalska prof. nadzw. UTH Radom, Uniwersytet Technologiczno-Humanistyczny w Radomiu, Wydział Materiałoznawstwa, Technologii i Wzornictwa, Katedra Chemii
mgr inż. Sławomir Janas – laboratorium badawcze firmy Radwag Wagi Elektroniczne

Reklama

**WAŻENIE
DOZOWANIE
PAKOWANIE**
 kwartalnik techniczno-informacyjny

Wspieramy naukę i rozwój!

Jesteś studentem, wykładowcą lub doktorantem?

Nawiąż współpracę z naszą redakcją i zaprezentuj wyniki swoich badań w kwartalniku „Ważenie, Dozowanie, Pakowanie”.

Napisz do nas i zaproponuj temat: redakcja.wdp@industriypublisher.com



Perspektywy rozwoju automatyki

 Marek Ludwicki, Michał Ludwicki

1. Wyższe stopnie automatyzacji

Omówione w rozdziale 24 układy sterująco-regulacyjne poszczególnych wielkości i całych procesów technologicznych były w większości układami jednoparametrowymi. Nawet w układach z wieloma obwodami regulacyjnymi, mimo wzajemnego powiązania wielkości regulowanych, wartości zadane poszczególnych regulatorów nie były od siebie wzajemnie uzależnione; mieliśmy więc do czynienia z **regulacją autonomiczną** (p. 17.3.2).

Stworzenie powiązań między wartościami zadanymi poszczególnych regulatorów, realizowane najczęściej za pośrednictwem komputera, pozwala na wprowadzenie wyższego szczebla automatyzacji – wieloparametrowej **regulacji nadrzędnej**. Następnym etapem rozwoju automatyzacji jest rozszerzenie regulacji nadrzędnej wraz z autonomicznymi układami regulacji jedno- i wieloparametrowej oraz układami sterowania, na całość bądź większą część procesu technologicznego. Powstaje w ten sposób układ **automatyzacji kompleksowej**.

Niezależnie od poszerzania zasięgu automatyzacji i wprowadzania do niej techniki cyfrowej, w ostatnich latach następuje szybki funkcjonalny rozwój układów regulacji: **regulatorów ekstremalnych, optymalizacyjnych, adaptacyjnych**. Układy te zostały krótko omówione w podrozdz. 17.4.

Wymienione tendencje stworzyły zapotrzebowanie na cyfrowe rozwiązania regulatorów (podrozdz. 18.3), a także cyfrowe urządzenia pomiarowe i pomocnicze, które w ostatnich latach coraz liczniej wchodzi w skład nowoczesnych systemów pomiarowo-regulacyjnych.

1.1. Regulacja nadrzędna

Stosowane obecnie w przemyśle nowoczesne systemy pomiarowo-regulacyjne są systemami informatycznymi i umożliwiają realizację bardzo zaawansowanego stopnia automatyzacji – automatyzacji nadrzędnej z użyciem komputera.

Jak wiadomo, pierwszym zadaniem układu pomiarowo-regulacyjnego jest zmierzenie wielkości regulowanej i jej przetworzenie na użyteczny (standardowy) sygnał pomiarowy. Sygnał pomiarowy jest następnie za pośrednictwem bloku sprzęgającego (interfejsu) wprowadzany do jednostki centralnej – komputera. Takie działania, i urządzenia je realizujące, odpowiadają ściśle funkcjom i urządzeniom opisanego w podrozdz. 14.2 systemu centralnej rejestracji i przetwarzania danych (rys. 14.1). Istotną różnicą jest rodzaj używanego oprogramowania – jego celem jest uzyskanie informacji nie tylko o stanie procesu, lecz także o sposobie zwrotnego oddziaływania na ten proces w układzie regulacji cyfrowej oraz takie właśnie oddziaływanie za pośrednictwem klasycznych układów regulacji lub tylko urządzeń wykonawczych (w systemie omówionego niżej bezpośredniego sterowania cyfrowego).

Część programowa (software) komputera staje się integralną częścią układu pomiarowo-regulacyjnego. Składają się na nią trzy grupy programów:

a) oprogramowanie operacyjne, niezbędne do funkcjonowania poszczególnych elementów zestawu komputerowego, obecnie najczęściej jedna z wersji Linux lub Microsoft Windows,

- b) oprogramowanie podstawowe, dostarczane przez projektanta systemu pomiarowo- regulacyjnego – zestaw programów do najczęściej spotykanych zastosowań, np. opracowywania zestawień bilansowych, diagnostyki zestawu komputerowego, diagnostyki przetworników pomiarowych itp.,
- c) oprogramowanie użytkowe – przeznaczone dla konkretnego obiektu regulacji, najczęściej przygotowywane przez użytkownika systemu.

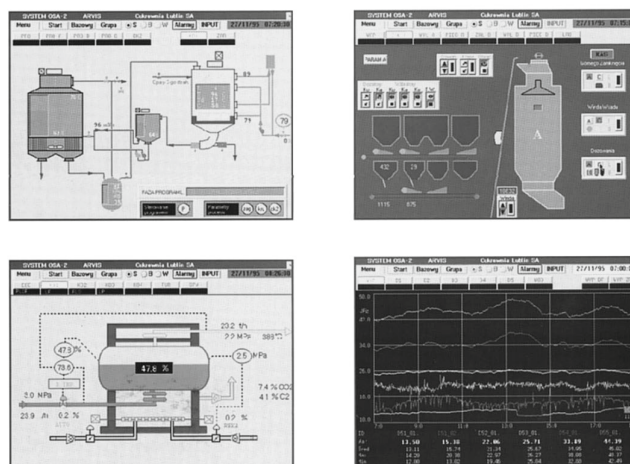
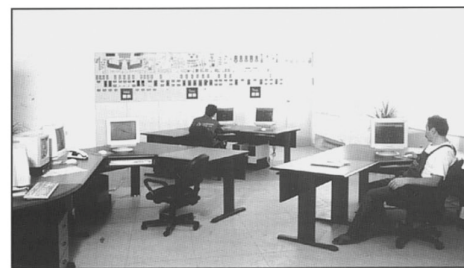
Komputerowa regulacja nadrzędna jest pewnym etapem automatyzacji. Stanowi uzupełnienie funkcjonujących już zwykle wcześniej systemów informatycznych centralnej rejestracji i przetwarzania danych. W systemach regulacji nadrzędnej komputer, otrzymując informacje o wielkościach mierzonych, oblicza wartości zadane dla poszczególnych regulatorów. Umożliwia to, w odróżnieniu od układów bezpośredniego sterowania cyfrowego, łatwą ingerencję w pracę systemu w sytuacjach awaryjnych, ponieważ zawiera klasyczne układy regulacyjne (regulatory, stacyjki operacyjne, panele operatorskie), a komputer steruje tylko parametrami tych układów. Wygląd rozwiązania systemu regulacji nadrzędnej dużej części ciągu technologicznego, uruchomionego w latach 90. ubiegłego stulecia w jednej z nieistniejących już polskich cukrowni, pokazano na rys. 1.

1.2. Bezpośrednie sterowanie cyfrowe

Jeżeli komputer przejmuje funkcje regulatorów i sam oblicza wartości sygnałów regulujących, mamy do czynienia z układem bezpośredniego sterowania cyfrowego BSC (p. 17.3.2), nazywanym również układem DDC (*Direct Digital Control*).

Układ BSC zawiera tylko tory pomiarowe, układ mikroprocesorowy i urządzenia wykonawcze. Jednostką centralną jest tu najczęściej programowalny sterownik logiczny, np. omówiony w rozdz. 21 sterownik SIMATIC, którego bardziej zaawansowane wersje umożliwiają korzystanie z regulacyjnych algorytmów PID. Stosowane oprogramowanie ogranicza się tylko do części użytkowej; część operacyjna i podstawowa jest zawarta w pamięci stałej (ROM) sterownika.

Do programowania sterowników przez użytkownika wykorzystuje się gotowe procedury w postaci wymiennych układów pamięci czy wpisywane z komputera, ewentualnie korzysta się ze specjalnych implementacji języków wyższego rzędu. Popularny SIMATIC wykorzystuje np. język STEP 7 Micro Win. Umożliwia on bardzo proste i wygodne pisanie programów w postaci schematów drabinkowych LAD (Ladder Diagram) lub list instrukcji STL (StaTement List). Podstawowym elementem programu napisanego w postaci STL jest instrukcja. Pojedyncza instrukcja realizuje pewne elementarne operacje na wskazanych argumentach. Ciąg instrukcji realizujących bardziej złożone operacje tworzy segment. Zestaw segmentów realizujących złożone funkcje tworzy blok. Program ma budowę strukturalną, tzn. dzieli się na fragmenty (podprocedury), które stanowią zamknięte całości i są związane z określonymi funkcjami. Poszczególne



↑ Rys. 1. System regulacji nadrzędnej części procesów w cukrowni [126]

fragmenty mogą być wykonywane kolejno lub mogą być wywoływane w dowolnych miejscach programu głównego.

2. Blokowe systemy pomiarowo-regulacyjne i informatyczne

2.1. Warstwowa struktura układu pomiarowo-regulacyjnego

Podstawą współczesnej automatyzacji są blokowe systemy pomiarowo-regulacyjne, a właściwie i informatyczne, realizowane w różnych skalach i umożliwiające tworzenie praktycznie dowolnych rozwiązań układowych.

Jednym z pierwszych takich systemów był rozwijany w latach 80. ubiegłego stulecia międzynarodowy, a właściwie światowy system informatyczny CAMAC (*Computer Application for Measurement And Control*). Został on stworzony na potrzeby techniki jądrowej przez Komitet ESONE (*European Standards On Nuclear Electronics*) i stopniowo rozszerzył się na inne dziedziny, w których zachodziła potrzeba wykorzystania komputerów do przetwarzania i rejestracji danych pomiarowych, kontroli pracy złożonych urządzeń i systemów, komputerowego wspomaganie i automatyzacji doświadczeń naukowych czy technicznych oraz sterowania i automatyzacji procesów produkcyjnych. Urządzenia systemu CAMAC były stosowane w wielu gałęziach przemysłu, w tych przypadkach, kiedy celowe było bezpośrednie sprzęgnięcie procesu produkcyjnego z komputerem w celu ciągłej kontroli tego procesu bądź jego automatyzacji kompleksowej. W Polsce zastosowano np. urządzenia systemu CAMAC w kompleksowej automatyzacji Elektrowni Bełchatów.

Obecnie działa na świecie wiele blokowych systemów pomiarowo-regulacyjno-informatycznych. Ich struktura jest zawsze podobna – zawiera kilka poziomów (warstw), pełniących ściśle określone funkcje.

Najniżej położoną warstwą jest **warstwa obiektowa**, do której należą czujniki pomiarowe i przetworniki sygnałów z czujników na analogowe lub cyfrowe pomiarowe sygnały standardowe.

Wyżej położoną warstwą jest **warstwa przetwarzania**, nazywana też centralną, zawierająca regulatory, sterowniki lub układy mikroprocesorowe, realizujące odpowiednie algorytmy sterowania i regulacji.

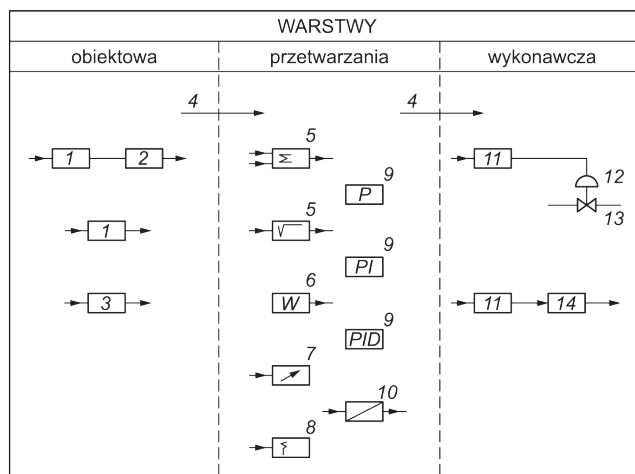
Kolejną warstwą jest **warstwa wykonawcza**, obejmująca urządzenia wykonawcze – siłowniki, nastawniki i inne urządzenia sterowane przez warstwę przetwarzania. Niekiedy wyróżnia się jeszcze **warstwę operatorską**, która zawiera urządzenia do wprowadzania i wyprowadzania informacji o systemie, układy archiwizacji i wizualizacji danych, sygnalizacje alarmowe.

Przykładową strukturę warstw blokowego systemu pomiarowo-regulacyjnego przedstawiono na rys. 2. Aby system miał wszelkie cechy uniwersalności, jego każda warstwa funkcjonalna zawiera takie zespoły urządzeń (bloki), które są niezbędne do realizacji praktycznie dowolnego układu pomiarowo-regulacyjnego.

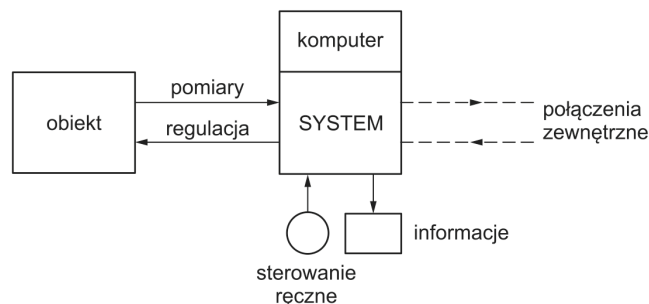
Schemat typowego blokowego systemu pomiarowo-regulacyjno-informatycznego przedstawiono na rys. 3. W części jest on zbliżony do omówionego w rozdz. 14 informatycznego systemu centralnej rejestracji i przetwarzania danych. Również zawiera jednostkę centralną (komputer lub układ mikroprocesorowy) i całe oprzyrządowanie dodatkowe umożliwiające odbiór sygnałów pomiarowych z obiektu oraz dialog (wymianę informacji) z operatorem nadzorującym pracę systemu. Nowym elementem jest tu sprzężenie zwrotne z systemu do obiektu, umożliwiające dodatkowo ręczne sterowanie jego parametrami bądź też ich regulację nadrzędną z wykorzystaniem komputera.

W najprostszym rozwiązaniu, w systemie regulacji nadrzędnej komputer dostarcza klasycznym układom regulacyjnym sygnałów (wytycznych) do ich optymalnej pracy: wielkości zadanych, wzmocnień, współczynników algorytmu PID itp. Jeżeli komputer sam wykorzystuje algorytmy regulatorów i wysyła sygnały wprost do urządzeń wykonawczych, to otrzymamy omówiony w p. 1.2 system bezpośredniego sterowania cyfrowego (BSC, DDC) nazywany też zastosowaniem komputera online, w odróżnieniu od zastosowania offline w systemie CRPD.

Możliwości tworzenia konfiguracji urządzeń w systemach blokowych są praktycznie nieograniczone. Na bazie analizy obiektu i funkcji regulacji tworzy się kompleksowe układy pomiarowo-regulacyjne nawet bardzo skomplikowanych procesów technologicznych. Urządzenia systemów mają konstrukcję modułową, w postaci bloków mocowanych w zunifikowanych kasetach lub na znormalizowanych szynach (DIN 35 mm) wewnątrz szaf sterowniczych, co ułatwia zestawianie bloków w układy funkcjonalne. Na



↑ Rys. 2. Struktura warstw blokowego systemu pomiarowo-regulacyjnego: 1 – czujniki, 2 – przetworniki, wzmacniacze, 3 – układy pomiarowe, 4 – sygnały standardowe, 5 – człony matematyczne, 6 – zadajniki, stacyjki, panele, 7 – wskaźniki, 8 – rejestratory, drukarki, monitory, 9 – regulatory, sterowniki, 10 – urządzenia sprzęgające, przetworniki międzysystemowe, 11 – wzmacniacze mocy, 12 – siłowniki, 13 – nastawniki, 14 – przekaźniki, nastawniki



↑ Rys. 3. Schemat blokowego systemu pomiarowo-regulacyjno-informatycznego

świecie produkuje się obecnie ogromną liczbę znormalizowanych elementów blokowych systemów pomiarowo-regulacyjno-informatycznych. Są to przetworniki pomiarowe, przetworniki międzysystemowe A/C i C/A, bloki sprzęgające z komputerem, bloki sterowania ręcznego, urządzenia peryferyjne, generatory, zegary, zasilacze. Oddzielną grupą urządzeń są mikroprocesorowe sterowniki programowalne, eliminujące z systemu komputer (rozdz. 21).

Systemy wykorzystują znormalizowane (standardowe) sygnały wejściowe i wyjściowe (analogowe i cyfrowe), a w najnowszych wersjach korzystają też z przemysłowych sieci komunikacyjnych czy Internetu (podrozdz. 25.3), co umożliwia realizację tzw. **rozproszonych systemów** pomiarowo-regulacyjnych (podrozdz. 25.4).

2.2. Systemy redundantne

Redundancja (łac. *redundantia* – nadmiar, zbytek) to nadmiarowość w stosunku do tego, co jest konieczne. Określenie

to stosuje się do nazywania specjalnego zabezpieczenia na wypadek uszkodzenia części systemu. Zasady redundancji toru pomiarowego omówiono szczegółowo w podrozdz. 14.3.

Systemy redundantne, oprócz redundancji torów pomiarowych, obecnie często zawierają też zdublowane jednostki centralne (np. komputery), które w przypadku ich awarii są automatycznie przełączane. Niektóre wersje programowalnych sterowników logicznych PLC (np. Siemens SIMATIC) są przystosowane do pracy redundantnej.

3. Przemysłowe sieci komunikacyjne

3.1. Klasyfikacja sieci komunikacyjnych

Rozwój współczesnych układów sterowania osiąga niewątpliwie najwyższą dynamikę w zakresie przemysłowych sieci komunikacyjnych.

Sieci komunikacyjne przenoszą komunikaty między rozproszonymi stacjami przetwarzania danych (węzłami), którymi mogą być komputery, lokalne sterowniki instalacji przemysłowej lub stanowiska graficznego zobrazowania danych. Podstawowymi elementami sieci są interfejsy (sprzęgi) sieciowe wraz z oprogramowaniem komunikacyjnym oraz łączące je kable, którymi są przesyłane dane. W praktyce sprzęg sieciowy jest bardzo często jedną z kart komputera (lub jednym z modułów sterownika), a oprogramowanie komunikacyjne wchodzi w skład systemu operacyjnego (np. Linux czy Microsoft Windows) lub jest jednym z zadań wykonywanych pod jego nadzorem.

Podstawą klasyfikacji sieci jest jej rozmiar, czyli odległość pomiędzy najdalej położonymi węzłami. Wyróżniamy więc:

- sieci lokalne (LAN – *Local Area Network*) o zasięgu do kilku kilometrów,
- sieci miejskie (MAN – *Metropolitan Area Network*) o zasięgu do kilkunastu kilometrów,
- sieci rozległe (WAN – *Wide Area Network*) obejmujące swym zasięgiem region, kraj lub cały świat.

Ze względu na topologię rozróżniamy sieci magistralowe, osiowe, pierścieniowe, gwiazdowe i nieregularne. W warunkach przemysłowych sieć lokalna może obejmować następujące poziomy:

- czujników i elementów sterujących – sieć służy wyłącznie do przekazywania wielu sygnałów dwupołożeniowych (binarnych) przy wykorzystaniu pojedynczego kabla,
 - terenowy – sieć służy do przekazywania informacji pomiędzy rozproszonymi urządzeniami peryferyjnymi, takimi jak przetworniki pomiarowe, jednostki napędowe, zawory lub terminale (panele) operatorskie, a sterownikami programowalnymi systemu automatyki,
 - jednostek przetwarzająco-sterujących – sieć służy do wymiany informacji pomiędzy programowalnymi sterownikami logicznymi systemu automatyki (PLC – *Programmable Logic Controllers*) czy komputerami przemysłowymi (IPC – *Industrial Personal Computers*). W tym przypadku sprawny przepływ informacji wymaga użycia dużych pakietów danych i wykorzystuje wiele funkcji komunikacyjnych.
- Ogólny model architektury sieci, obejmujący zarówno sieci lokalne, jak i rozległe, jest opisany międzynarodowym

standardem **OSI** (*Open Systems Interconnection*). Model OSI (pełna nazwa **ISO OSI RM** – *International Standard Organization OSI Reference Model*) to model odniesienia łączenia systemów otwartych – standard opisujący strukturę komunikacji sieciowej. Jest wzorcem dla większości rodzin protokołów komunikacyjnych.

Całość funkcji komunikacyjnych węzła sieci komputerowej została podzielona między wiele warstw, poczynając od warstwy fizycznej, łączącej się bezpośrednio z kablem, a kończąc na warstwie aplikacyjnej, współpracującej z programami użytkowymi. Każda warstwa realizuje i udostępnia wyższej warstwie pewne usługi. Korzystając z usług udostępnianych przez warstwę $n - 1$, programy warstwy n jednego węzła mogą porozumiewać się i współpracować z programami warstwy n innego węzła. Reguły współpracy programów warstwy n w różnych węzłach sieci noszą nazwę protokołu warstwy n . W praktycznych realizacjach węzłów sieci funkcje poszczególnych warstw mogą pełnić specjalizowane urządzenia, np. karty sieciowe komputera albo odpowiednie programy.

3.2. Protokoły transmisji

3.2.1. Protokoły klasyczne

Protokoły klasyczne, których pierwowzorem był protokół teleksu (teleks – *Teleprinter Exchange Service*, czyli pocztowa abonencka usługa telegraficzna, polegająca na przesyłaniu informacji w postaci alfanumerycznej, z repertuarem znaków określonym alfabetem telegraficznym; w Polsce funkcjonowała do 2007 r.), składają się z trzech części:

- procedury powitalnej (*Handshake*), która polega na przesyłaniu wzajemnej podstawowej informacji o łączących się urządzeniach, ich adresu (np. numeru telefonu), szybkości i rodzaju transmisji itd.,
- właściwego przekazu danych,
- procedury analizy poprawności przekazu (np. sprawdzania sum kontrolnych), połączonej z procedurą pożegnania, żądaniem powtórzenia transmisji lub powrotem do procedury powitalnej.

Przesyłana informacja może być porcjowana – protokół musi umieć odtworzyć informację w postaci pierwotnej. Protokołami tego rodzaju posługują się:

- teleksy,
- faksy (telefaksy),
- modemy,
- programy komputerowe,
- wiele innych urządzeń, włącznie z np. pilotami do telewizorów.

3.2.2. Protokoły internetowe

Protokoły służące programom komputerowym do porozumiewania się między sobą poprzez internet są określone przez IETF (*Internet Engineering Task Force*) – nieformalne, międzynarodowe stowarzyszenie osób zainteresowanych ustanawianiem standardów technicznych i organizacyjnych w internecie) w dokumentach zwanych RFC (*Request for Comments* – dosłownie: prośba o komentarze – zbiór technicznych oraz organizacyjnych dokumentów mających

formę memorandum, związanych z internetem oraz sieciami komputerowymi). Podstą wowym protokołem internetowym jest protokół **TCP/IP** (*Transmission Control Protocol/Internet Protocol*) – model warstwowej struktury protokołów komunikacyjnych. Został on stworzony w latach 70. XX w., aby pomóc w tworzeniu sieci komputerowych odpornych na ataki.

Przesyłanie danych komputerowych to niezwykle trudny proces, dlatego rozdzielono go na kilka „warstw”. Warstwy oznaczają w istocie poszczególne funkcje spełniane przez sieć. Najbardziej powszechny sposób organizacji warstw komunikacji sieciowej to wspomniany wcześniej model ISO OSI, model odniesienia do łączenia systemów otwartych, opisujący strukturę komunikacji sieciowej. Najbardziej popularne protokoły komunikacyjne wraz z numerem portu to:

- DNS – 53
- FTP – 21
- HTTP – 80 (HTTP Proxy używa zwykle portu 8080)
- HTTPS – 443 (HTTP na SSL)
- IRC – 6667
- NNTP – 119
- POP3 – 110
- SPOP3 – 995 (POP3 na SSL)
- SMTP – 25
- SSH – 22
- Telnet – 23
- IMAP – 143

Osobną klasą protokołów komunikacyjnych są protokoły do komunikacji grupowej (*multicast*), używane m.in. do transmisji telewizyjnych przez Internet, telekonferencji itp. Przykładami takich protokołów są RMTP (*Reliable Multicast Transport Protocol*), TOTEM, XTP, Muse i inne.

3.2.3. Protokoły stosowane w automatyce przemysłowej

W automatyce przemysłowej znajduje zastosowanie wiele protokołów transmisji. Najbardziej popularne to:

- Modbus
- PROFIBUS
- M-Bus
- S-Bus
- Foundation Fieldbus
- BACnet
- LonWorks

Oprócz wymienionych standardów, stosowanych przez różne firmy, istnieją standardy otwarte, do których pełnej specyfikacji dostęp nie jest limitowany prawnie, finansowo lub tajemnicą handlową firmy, która standard opracowała. Ponadto standardy uznawane za otwarte są opracowywane, zatwierdzane oraz później ewentualnie modyfikowane przez porozumienie (organizację) zainteresowane tworzeniem tych standardów, działające niedochodowo i zapewniające członkostwo wszystkim zainteresowanym.

OLE (*Object Linking and Embedding*) i **OPC** (*OLE for Process Control*) są otwartymi standardami komunikacyjnymi stosowanymi w automatyce przemysłowej i informatycznych

systemach wyższych warstw, a mianowicie biznesowej i zarządzania przedsiębiorstw przemysłowych. Interoperacyjność aplikacji jest zapewniona dzięki utworzeniu i utrzymywaniu specyfikacji otwartych standardów. Utrzymaniem i rozwojem standardu zajmuje się OPC Foundation.

Protokół OPC został tak zaprojektowany, aby łączyć aplikacje bazujące na systemach operacyjnych ogólnego stosowania (np. Linux czy Microsoft Windows) ze sprzętem i oprogramowaniem aplikacyjnym automatyki przemysłowej (urządzeniami procesowymi), nadzorującym i sterującym procesem technologicznym. Jest to otwarty standard komunikacji, który pozwala używać jednolitych dla procesu technologicznego metod dostępu i opisu danych (interfejsu). Metody te są niezależne od typu oraz źródła danych.

Dla wielu pakietów oprogramowania serwer OPC dostarcza w jednolity sposób danych z urządzeń sterujących i nadzorujących proces technologiczny (dane procesowe), takich jak sterowniki PLC czy systemy DCS (*Distributed Control System* – rozproszony system sterowania).

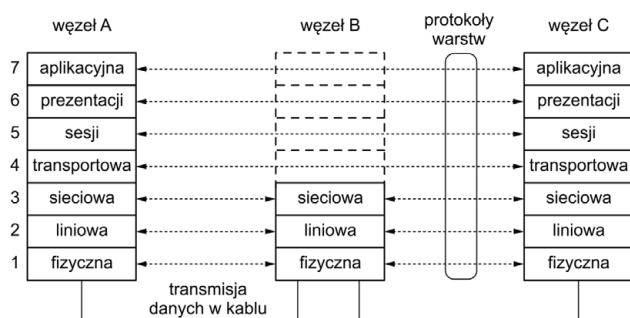
Tradycyjnie, jeżeli jakieś oprogramowanie ma mieć dostęp do danych procesowych, musi zostać zaimplementowany specjalny sterownik. Zadaniem OPC jest zdefiniowanie wspólnego interfejsu, który utworzony raz może być wykorzystywany przez dowolnego klienta biznesowego lub dowolny pakiet oprogramowania. Jeżeli serwer OPC zostanie stworzony dla konkretnego urządzenia, może być wykorzystany ponownie przez dowolną aplikację, która pełni rolę klienta OPC.

Bazując na standardach OLE, COM (*Component Object Model*) i DCOM (*Distributed Component Object Model*), technologia OPC definiuje interfejsy przeznaczone do komunikacji z urządzeniami przemysłowymi, przez co pozwala uniezależnić oprogramowanie monitorujące od różnorodnych rozwiązań stosowanych przez producentów sprzętu procesowego. Technologie COM/ DCOM dostarczają infrastruktury i środowiska programistyczne do tworzenia i rozwoju oprogramowania. Obecnie są dostępne setki serwerów i klientów OPC.

3.2.4. Protokół PROFIBUS

Jedną z wiodących w dziedzinie sieci przemysłowych i protokołów transmisji jest firma Siemens, która jako prekursor rozwiązań sieciowych w przemyśle definiuje standardy będące wyznacznikami dalszego rozwoju automatyki. **PROFIBUS** (*PROcess FIeld BUS*) to ogólna nazwa bardzo popularnego standardu komunikacyjnej sieci przemysłowej, która stanowi podstawę funkcjonowania zdecentralizowanych układów sterowania, wykorzystujących lokalną inteligencję jednostek współpracujących. Znormalizowane w Europie i na świecie (norma ISO 61158) reguły komunikacji oparte na sieci PROFIBUS, umożliwiają wzajemną współpracę wyrobów pochodzących od różnych producentów.

Wielopoziomowe rozwiązania sprzętowe i różnorakie protokoły komunikacyjne w ramach standardu PROFIBUS oferują projektantom łatwą integrację automatyki sterującej i systemów zarządzających, nadzorujących zarówno automatykę obiektową, jak i warstwę wykonawczą ze sterownikami,



↑ Rys. 4. Warstwowa architektura sieci PROFIBUS

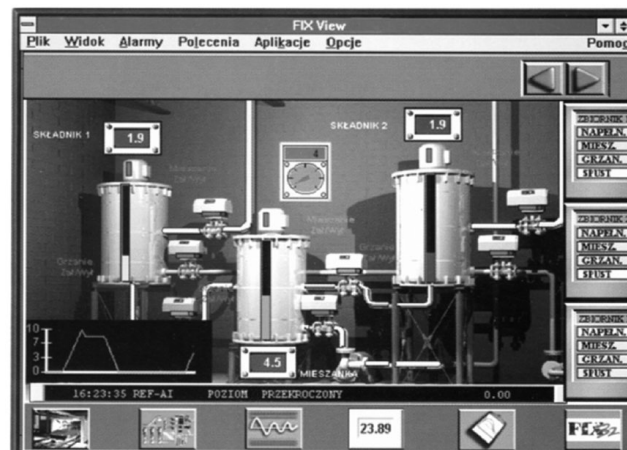
systemami wizualizacji i nadzoru dyspozytorskiego, układami napędowymi czy z poziomem nadrzędnym, z wykorzystaniem wirtualnych uczestników komunikacji sieciowej (rys. 4). Prędkość transmisji dochodząca do 12 MB/s spełnia wymagania nawet najbardziej wybrednych użytkowników. Nic więc dziwnego, że sieć PROFIBUS jest obecnie najpowszechniej stosowanym systemem komunikacji przemysłowej na całym świecie.

Sieć PROFIBUS jest znormalizowanym w skali międzynarodowej standardem sieci przemysłowej, który może być wykorzystywany w różnorodnych układach automatyki przemysłowej. Komunikacja w sieci pomiędzy urządzeniami różnych producentów może odbywać się bez jakichkolwiek dodatkowych interfejsów. Sieć PROFIBUS może być stosowana zarówno w aplikacjach, w których parametrem krytycznym jest czas przesyłu, jak i w sieciach do szybkiej, cyklicznej transmisji danych.

W standardzie PROFIBUS można wyróżnić dwa podstawowe protokoły: DP (*Decentralized Peripherals*) i FMS (*Fieldbus Message Specification*). Jako medium komunikacyjne może być wykorzystywany interfejs szeregowy RS-485 (podrozdz. 5.3), technologia IEC 1158-2 lub sieć światłowodowa. Obecnie jest wdrażana w standardzie PROFIBUS możliwość transmisji z wykorzystaniem popularnego w komputerach PC i internecie protokołu TCP/IP.

Architektura protokołu PROFIBUS jest zgodna z międzynarodowym standardem ISO i wykorzystuje co najwyżej trzy z siedmiu dostępnych warstw. Topologia sieci PROFIBUS może zawierać wiele urządzeń nadrzędnych typu master (często nazywanych węzłami nadrzędnymi) i urządzeń podrzędnych typu slave. Dzięki temu do jednej sieci mogą być podłączone urządzenia sterujące, zarządzające, przetwarzające i wizualizujące proces technologiczny.

Urządzenia typu master określają sposób komunikacji w sieci. Mogą wysyłać informacje bez dodatkowego zewnętrznego sygnału żądania transmisji, jeżeli tylko otrzymają dostęp do sieci. Urządzenia typu slave są to urządzenia typu I/O (wejście/wyjście): zawory, urządzenia pomiarowe itp. Te urządzenia nigdy nie uzyskują dostępu do sieci, mogą tylko otrzymywać lub wysyłać informacje, gdy zażąda tego



↑ Rys. 5. Przykładowy ekran monitora z programem SCADA FixView [137]

urządzenie typu master. W zawiązku z tym często nazywa się je urządzeniami pasywnymi.

Żeby zapewnić odpowiedni dostęp do sieci dla urządzeń typu master, został opracowany protokół MAC (*Medium Access Control*). Określa on, kiedy urządzenie master może rozpocząć transmisję, zapewnia też odpowiedni czas i szybkość transmisji.

Protokół **PROFIBUS DP** jest protokołem uproszczonym, najczęściej wykorzystywanym do komunikacji pomiędzy poziomem terenowym (aparatury w hali fabrycznej) a poziomem jednostek przetwarzająco-sterujących. Jest on przydatny przy szeregowej transmisji danych. Wykorzystywane są tylko warstwy 1 i 2. Warstwy od 3 do 7 (rys. 25.4) nie są używane. Tak prosta architektura warstw zapewnia szybką i wydajną transmisję danych. Protokół DP może wykorzystywać wszystkie procedury komunikacji pomiędzy urządzeniami. Podczas transmisji jest możliwa synchronizacja wejść i wyjść poszczególnych urządzeń, co umożliwia wysyłanie informacji typu peer-to-peer (równy z równym). Innym sposobem komunikacji jest tzw. rozgłaszanie, czyli wysyłanie informacji bez potwierdzenia do wszystkich urządzeń podłączonych do sieci.

Do sieci PROFIBUS DP, bez dodatkowych urządzeń, tzw. repeaterów, mogą być podłączone najwyżej 32 urządzenia. Zastosowanie repeaterów umożliwia zwiększenie liczby urządzeń do 126 i zasięgu sieci do 10 km. Znormalizowany szereg definiuje szybkości transmisji: 9, 6, 19,2, 93, 73, 187,5, 500, 1500 kB/s oraz 12 MB/s.

Protokół **PROFIBUS FMS** jest uniwersalnym protokołem komunikacyjnym, oferującym wiele rozszerzonych funkcji służących do komunikacji pomiędzy różnymi urządzeniami. Znaczenie tego protokołu maleje z uwagi na coraz częstsze stosowanie na poziomie jednostek przetwarzająco-sterujących internetowego protokołu TCP/IP. W protokole FMS wykorzystywane są warstwy 1, 2 i 7 (rys. 25.4).

Protokół FMS określa sposób komunikacji zarówno między urządzeniami typu master, jak i między urządzeniami typu master i slave. Model protokołu komunikacji FMS pozwala na odwzorowanie rozproszonego systemu automatyki w jednym urządzeniu zwanym wirtualnym urządzeniem sieciowym

VFD (*Virtual Field Device*). Część zmiennych, które są udostępniane innym urządzeniom znajdującym się w sieci, jest przez nie odczytywana lub zapisywana za pomocą procedur komunikacyjnych. Wszystkie elementy programowe, które mogą być przedmiotem komunikacji, są opisane w słowniku obiektów OD (*Object Dictionary*). Słownik obiektów oprócz opisu, struktury i typów danych zawiera opis zależności pomiędzy adresami a umiejscowieniem urządzeń w sieci, czyli tzw. listę relacji komunikacyjnych CRL (*Communication Relationship List*). Lista relacji komunikacyjnych jest definiowana dla każdego urządzenia oddzielnie podczas jego konfiguracji do pracy w sieci.

Oprócz najbardziej popularnego standardu sieci przemysłowej PROFIBUS, funkcjonuje jeszcze kilka innych przemysłowych komputerowych systemów komunikacyjnych, takich jak **Simatic NET** czy **Industrial Ethernet**. Są one obecnie wypierane przez międzynarodowy internetowy standard **TCP/IP** (*Transmission Control Protocol/Internet Protocol*).

4. Rozproszone systemy sterowania

Do zintegrowania części użytkowej rozproszonych systemów pomiarowo-regulacyjno-informatycznych stosuje się obecnie oprogramowanie typu **SCADA** (*Supervisory Control And Data Acquisition*). Termin ten oznacza system nadzorujący przebieg procesu technologicznego lub produkcyjnego. Jego główne funkcje obejmują zbieranie aktualnych danych (pomiarów), ich wizualizację, sterowanie procesem, alarmowanie oraz archiwizację danych. SCADA wykorzystuje najczęściej system operacyjny Microsoft Windows w architekturze klient/serwer (rys. 5).

Oprogramowanie SCADA jest bardzo łatwe do zaimplementowania nawet w bardzo zaawansowanych aplikacjach monitorowania i sterowania liniami produkcyjnymi. Składa się z gotowych bibliotek modułów graficznych, szablonów i receptur. Zapewnia 100-procentową integralność danych, możliwość połączenia z relacyjnymi bazami danych (np. SQL/ODBC), monitorowanie procesów w czasie rzeczywistym, sterowanie nadrzędne oraz centralną rejestrację i przetwarzanie danych (CRPD), sygnalizację i obsługę stanów alarmowych, czytelną wizualizację danych oraz statystyczną kontrolę procesu (SPC). Funkcjonowanie oprogramowania w sieci zapewnia dostęp do danych w całym przedsiębiorstwie.

Termin SCADA zwykle odnosi się do systemu komputerowego, który pełni rolę nadrzędną w stosunku do sterowników PLC (opisanych w rozdz. 21) i innych urządzeń. Na ogół to sterowniki PLC połączone są bezpośrednio z urządzeniami wykonawczymi (zawory, pompy itp.) i pomiarowymi (czujniki temperatury, poziomu itp.), które zbierają aktualne dane z obiektu oraz wykonują automatyczne algorytmy sterowania i regulacji. Za pośrednictwem sterowników PLC dane trafiają do systemu komputerowego i tam są archiwizowane oraz przetwarzane na formę bardziej przyjazną dla użytkownika. Operatorzy systemu zadają generalne parametry procesu lub prowadzą proces w trybie ręcznym.

Rozproszony system sterowania DCS (*Distributed Control System*) to system odpowiadający za sterowanie i wizualizację

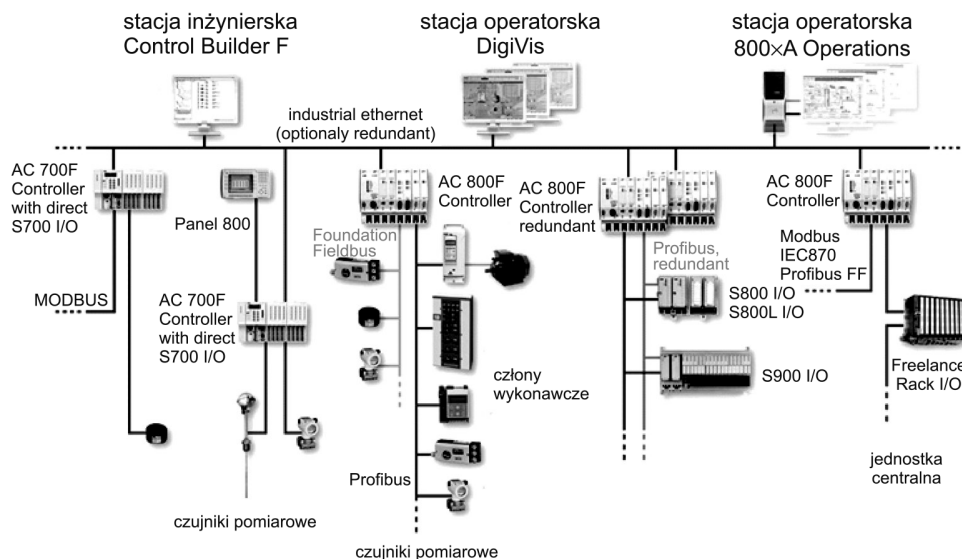
procesu przemysłowego, mający (w odróżnieniu od systemu zbudowanego na bazie SCADA i PLC) wspólną bazę danych do sterowania i wizualizacji. Wspólna baza punktów (tagów) jednoznacznie określa elementy systemu DCS. Oznacza to, że jeśli np. przypiszemy przetwornikowi ciśnienia nazwę 110_PT-321, będzie to jego unikatowy numer widziany zarówno w wizualizacji, jak i w oprogramowaniu aplikacyjnym, co więcej, niemożliwe będzie nazwanie w ten sposób innego punktu. Genezą powstania takich systemów było komputerowe zarządzanie pracą i nastawami klasycznych regulatorów analogowych.

Sterowniki systemu DCS opierają się na systemie operacyjnym czasu rzeczywistego **RTOS** (*Real-Time Operating System*), który zapewnia wykonanie w czasie rzeczywistym wszystkich zaplanowanych operacji (program nie może się zawiesić, nawet jeśli programista popełni błąd). Dodatkowe cechy DCS (czasami wspólne z PLC) to:

- programowanie za pomocą zdefiniowanych bloków funkcjonalnych,
- przechowywanie aktualnej dokumentacji dla całego systemu w stacji inżynierskiej DCS,
- archiwizacja zdarzeń (nawet kilkuletnia),
- posiadanie redundantnych (zwielokrotnionych) elementów, takich jak kontrolery, układy wejść-wyjść, stacje operatorskie,
- możliwość załadowania programu i dokonywania w nim zmian systemu (procesu),
- sprawna obsługa bardzo dużych obiektów (nawet do 50 000 wejść i wyjść),
- możliwość równoczesnego programowania z kilku stacji roboczych,
- możliwość podłączenia do systemu różnych typów urządzeń pomiarowych i wykonawczych o różnych standardach komunikacji.

Rozproszony system sterowania został wprowadzony po raz pierwszy w 1975 r. przez japońską firmę Yokogawa pod nazwą Centum i od tego momentu stał się faktycznym standardem w przemyśle rafineryjnym i chemicznym. W tym samym roku, kilka miesięcy później, na rynku pojawił się równolegle stworzony system sterowania amerykańskiej firmy Honeywell. Początkowo działanie systemów rozproszonych skupiało się na precyzyjnej regulacji (np. w algorytmie regulatora PID) oraz archiwizacji. Gwałtowny rozwój automatyki, elektroniki i komputeryzacji wymusił na systemach DCS kolejne funkcje, bez których dziś nie wyobrażamy sobie ich pracy. Są to:

- automatyczny dobór nastaw regulatorów,
- optymalizacja procesów technologicznych oparta na sterowaniu zaawansowanym APC (*Advanced Process Control*),
- zaawansowane sposoby regulacji, np. regulatory z logiką rozmytą (*Fuzzy Logic*), regulacja predykcyjna, regulacja adaptacyjna,
- integracja z siecią informatyczną zakładu, pozwalająca na generowanie raportów produkcyjnych, czy uzależnienie produkcji od stanów magazynowych (na bazie mechanizmu OPC i Ethernetu),



← Rys. 6.
Schemat systemu
DCS Freelance
800F firmy ABB
[124]

- diagnostyka aparatury kontrolno-pomiarowej na bazie protokołów HART i Foundation Fieldbus,
- pełna integracja z systemem blokadowym (niezależnym systemem zabezpieczeń),
- zastosowanie protokołów cyfrowych takich jak HART, Foundation Fieldbus, PROFIBUS, Modbus RTU, Device-Net, ASI,
- generowanie raportów bezpośrednio do aplikacji biurowych, np. Excel lub do baz danych, np. MS SQL.

Rozproszone systemy sterowania znajdują obecnie wiele zastosowań przemysłowych, zwłaszcza tam (w odróżnieniu od większości zastosowań sterowników PLC), gdzie mamy do czynienia z procesami ciągłymi. Są to między innymi:

- chemia i rafinerie (firmy ABB, Yokogawa, Emerson, Honeywell, Metso),
- wytwarzanie energii (firmy Emerson, ABB, Siemens, Yokogawa, Smar),
- przemysł papierniczy (firmy Metso, Honeywell, ABB),
- przemysł spożywczy (firmy ABB, Siemens, Emerson, Smar),
- przemysł szklarski (firmy Yokogawa, Siemens),
- hutnictwo (firmy Yokogawa, ABB, Siemens),
- cementownie (firmy ABB, Siemens),
- wydobywanie ropy i gazu (firma Smar).

Struktura systemu DCS zawiera aparaturę obiektową, okablowanie i urządzenia wykonawcze (zawory, napędy) połączone z różnych obiektów do stacji procesowych. Stacje procesowe wyposażone w kontrolery i karty wejść wyjść współpracują z magistralą systemową, którą przesyłają informację do stacji operatorskich za pośrednictwem serwera. Serwer przekazuje dane oraz archiwizuje je w postaci plików historycznych. W celu podwyższenia bezpieczeństwa procesu serwer powinien być redundantny.

Za konfigurację systemu i nadzór oprogramowania wewnątrz kontrolerów odpowiada stacja inżynierska przechowująca zawsze aktualną dokumentację, umożliwiającą także np. dobieranie nastaw regulatorów. Jeśli stacje



↑ Rys. 7. Przykład wizualizacji procesu w systemie DCS Freelance DigiVis [124]

obiektyw wyposażone są w karty cyfrowe odczytujące informacje diagnostyczne (HART, Foundation Fieldbus), diagnostyka aparatury obiektowej może być prowadzona przez stację diagnostyczną (np. w przypadku zaworów regulacyjnych). System komunikuje się ze światem zewnętrznym (siecią zakładową) za pomocą kolejnego serwera. Magistrala procesowa i systemowa są redundantne. Przykłady sieci rozwinętego systemu DCS i wizualizacji jednego z procesów przedstawiono na rys. 6 i 7.

Pierwsze systemy DCS bazowały na Uniksie (Foxboro, PROCONTROL) lub własnych systemach operacyjnych (Yokogawa), obecnie standardem oprogramowania systemowego jest MS Windows, jednak niektóre firmy używają systemu Linux (np. ABB czy PROCONTROL).

W systemach DCS stosowane są protokoły cyfrowe PROFIBUS, HART i Asi, rozwijane głównie przez firmy Siemens i ABB, a firmy Honeywell, Yokogawa czy Emerson preferują protokół Foundation Fieldbus.

Protokół PROFIBUS, szczegółowo omówiony w p. 25.3.2, to pierwszy standard sieci przemysłowej czasu rzeczywistego. W zależności od jego odmiany w sieci może być do 127 sterowników, a rozległość sieci zależy od zastosowanego medium transmisji.

Protokół HART (*Highway Addressable Remote Transducer*) to obecnie najpopularniejszy standard wejść i wyjść analogowych w systemach DCS. Pozwala na odczytywanie wielkości mierzonych w standardzie prądowym 4–20 mA i wielkości dodatkowych w standardzie cyfrowym. Umożliwia również diagnostykę aparatury pracującej zgodnie z protokołem HART.

Protokół AS-Interface (AS-i, Asi) to otwarty standard sieci przemysłowej (*Actuator Sensor Interface*) stosowany w automatyce przemysłowej. Sieć AS-i została zaprojektowana do częstego pobierania danych z wielu czujników i przetworników cyfrowych oraz sterowania wieloma binarnymi urządzeniami wykonawczymi. Jest wykorzystywany do wymiany tych danych ze sterownikami i aplikacjami procesowymi. Urządzenia są połączone za pomocą jednego 2-żyłowego kabla, który tymi samymi żyłami zarówno zasilają urządzenia, jak i przenosi sygnały.

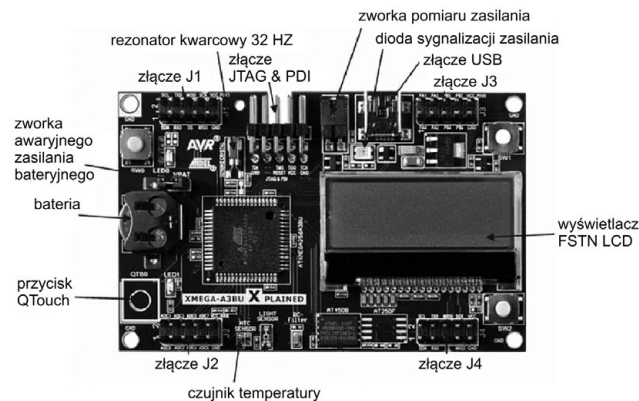
Protokół Foundation Fieldbus – protokół w pełni cyfrowy. Umożliwia łączenie parą przewodów do 32 urządzeń. Poza danymi pomiarowymi protokół przesyła informacje dotyczące diagnostyki urządzeń, a także umożliwia zastosowanie regulacji (np. wg algorytmu PID) w samych urządzeniach (*Control in the Field*).

Rozproszone systemy sterowania DCS są obecnie najnowocześniejszymi rozwiązaniami integrującymi wszystkie bloki przemysłowego układu pomiarowo-regulacyjno-informatycznego. Podany stan rozwiązań stosowanych w automatyce przemysłowej dotyczy jednak początku 2015 r. Bardzo szybki rozwój części informatycznej systemów powoduje, że w najbliższych latach należy oczekiwać dalszych nowości w tej dziedzinie, jak np. zdalnego kontrolowania, programowania i serwisowania systemów drogą internetową, nowych rozwiązań sterowników mikroprocesorowych oraz nowych wersji oprogramowania.

5. Mikrokontrolery

Mikrokontroler (komputer jednokładowy, MCU, mC) to scalony system mikroprocesorowy w postaci pojedynczego układu scalonego zawierającego jednostkę centralną CPU (*Central Processing Unit*), pamięć RAM (Random Access Memory) oraz na ogół pamięć programu i rozbudowane układy wejścia/wyjścia (rys. 8). Określenie mikrokontroler pochodzi od głównego obszaru zastosowań, jakim jest sterowanie urządzeniami elektronicznymi.

Mikrokontroler stanowi użyteczny i całkowicie autonomiczny system mikroprocesorowy, niewymagający użycia dodatkowych elementów, których wymagałby do pracy



↑ Rys. 8. Przykład zastosowania mikrokontrolera AVR8 firmy Atmel [127]

tradycyjny mikroprocesor. Składnąd mikrokontrolery przystosowane są do bezpośredniej współpracy z różnymi urządzeniami zewnętrznymi, w tym również tymi, do których obsługi tradycyjny mikroprocesor wymagałby użycia dodatkowych układów peryferyjnych. Mikrokontrolery do działania wymagają jedynie podłączenia zasilania, wgrania programu sterującego, czasem także sygnału taktującego. Prekursorem w ich opracowaniu była jeszcze w latach 70. XX w. firma Texas Instruments [22].

Mikrokontrolery wykorzystuje się powszechnie w sprzęcie AGD, układach kontrolno-pomiarowych, w przemysłowych układach automatyki, w telekomunikacji itp.

5.1. Architektura mikrokontrolerów

Mikrokontrolery produkowane są w postaci układów scalonych wyposażonych w zestaw od kilku do kilkuset programowalnych wyjść/wejść cyfrowych i analogowych. Na rysunku 9 przedstawiono schemat blokowy takiego układu (mikrokontrolera ATmega32 firmy Atmel). W skład typowego mikrokontrolera wchodzi:

- jednostka obliczeniowa CPU/ALU,
- pamięć Flash przechowująca kod maszynowy programu wykonawczego,
- pamięć podręczna RAM,
- często pamięć podręczna nieulotna EEPROM,
- przetworniki A/C i C/A, liczniki, zegary czasu rzeczywistego RTC itp.,
- różnego rodzaju interfejsy we/wy,
- różne kontrolery transmisji szeregowej służące do komunikacji z innymi urządzeniami (np. SPI, TWI, USART, Ethernet, USB).

Dzięki oddzieleniu pamięci przechowującej rozkazy programu od pamięci podręcznej (tzw. architektura harwardzka) jednostka centralna może jednocześnie wykonywać kolejne rozkazy i zapisywać/odczytywać dane, osiągając duże prędkości działania sięgające kilkunastu MHz.

Zaawansowane odmiany mikrokontrolerów mogą mieć nawet 144 linie we/wy w jednym układzie. Integruje się w nich różne rodzaje interfejsów komunikacyjnych, począwszy od RS-232, a kończąc na Ethernetie, CAN czy USB.

5.2. Programowanie mikrokontrolerów

Programowanie mikrokontrolera, w przeciwieństwie do sterowników PLC, wymaga bardziej zaawansowanej wiedzy informatycznej, elektronicznej i znajomości jednego z popularnych języków programowania (np. C czy Visual Basic). W zamian zyskuje się pełną kontrolę nad działaniem układu oraz dostęp do zaawansowanych funkcji obliczeniowych niedostępnych w sterownikach PLC, a zaimplementowanych w języku programowania. Mikrokontrolery łączą w sobie zaawansowane funkcje obliczeniowe komputera z możliwością łatwej realizacji komunikacji z urządzeniami zewnętrznymi, zarówno na poziomie pojedynczych bitów danych (włącz/wyłącz), jak również gotowych protokołów komunikacyjnych i sygnałów analogowych. Program, po napisaniu i sprawdzeniu, kompilowany jest do kodu maszynowego zawierającego listę poleceń procesora i wgrywany do układu za pomocą odpowiedniego programatora.

6. Urządzenia mobilne

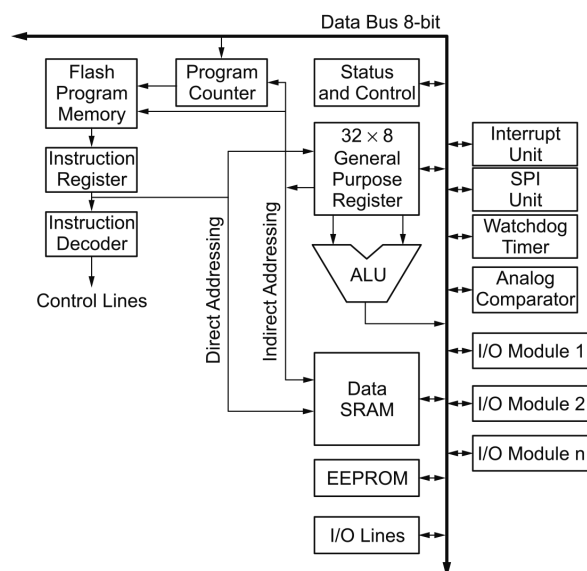
Pod pojęciem „urządzenie mobilne” należy rozumieć wszelkiego rodzaju przenośne urządzenia działające autonomicznie, bez potrzeby ciągłego podłączenia do stacjonarnego źródła zasilania. Przykładami mogą być tu telefony komórkowe, tablety oraz komputery przenośne (laptopy). W niniejszym opracowaniu skupiono się na przemysłowych zastosowaniach urządzeń mobilnych, zarówno jako przenośnych terminali dostępowych do systemów działających stacjonarnie, jak i niezależnych urządzeń wspomagających pracę automatyka i technologia.

Przenośne komputery w zastosowaniach przemysłowych to głównie specjalnie do tego celu przygotowane laptopy i tablety, rzadziej smartfony. Produkowane modele są często zmodyfikowanymi wersjami modeli zwykłego przeznaczenia, ale także są projektowane specjalnie do tego celu.

Cechy odróżniające urządzenia mobilne do zastosowań przemysłowych od powszechnie stosowanych to m.in.:

- wzmocniona obudowa, zapewniająca odporność na udary, zarysowania i wibracje mechaniczne,
- odporność na ekstremalne temperatury i nagłe zmiany temperatury,
- odpowiednia klasa szczelności, zwykle IP65, a więc całkowita odporność na pył i ochrona przed strumieniem wody z dowolnego kierunku,
- odporność na promieniowanie elektromagnetyczne,
- system pasywnego chłodzenia,
- akumulator o przedłużonej żywotności i zwiększonej pojemności, zwykle z możliwością wymiany bez wyłączania urządzenia,
- niepalność (np. spełnienie normy ANSI/ISA-12.12.01-2013).

Przenośne komputery przemysłowe znajdują zastosowanie wszędzie tam, gdzie z powodu trudnych warunków pracy standardowe urządzenia uległyby uszkodzeniu. Należy wspomnieć, że tak udoskonalone urządzenia są także używane w technikach militarnych. Rodzajem certyfikatu, jaki dostaje urządzenie o takim przeznaczeniu, jest np. amerykański



↑ Rys. 9. Schemat blokowy mikrokontrolera AVR ATmega32A firmy Atmel [127] (ALU – centralna jednostka logiczna, Flash, SRAM, EEPROM – pamięci, I/O Module – moduły wejść i wyjść, General Purpose Register – główny rejestr, Addressing – szyny adresowe)

MIL-STD-810 (*Environmental Engineering Considerations and Laboratory Tests*) i zwykle komputery do celów przemysłowych również go mają.

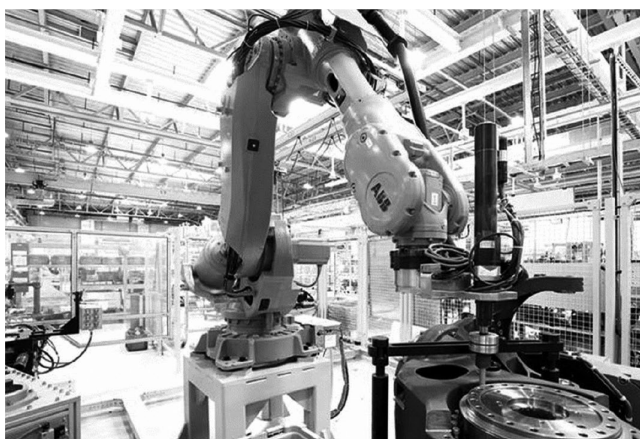
Poza wymienionymi cechami, przenośne komputery przemysłowe nie różnią się znacząco od konfiguracji standardowych. Instalowany w nich system operacyjny to zwykle Microsoft Windows 7 Pro lub 8 Pro, choć zdarzają się także wersje z systemem Android (głównie tablety). Pamięci i porty komunikacyjne również są standardowe. Dodatkowym wyposażeniem są często:

- wyświetlacze o podwyższonym kontraście i jasności,
- wzmocnione i łatwo wyjmowane dyski twarde,
- czytniki kodów kreskowych, RFID, port RS-232, RS-485 GPS.

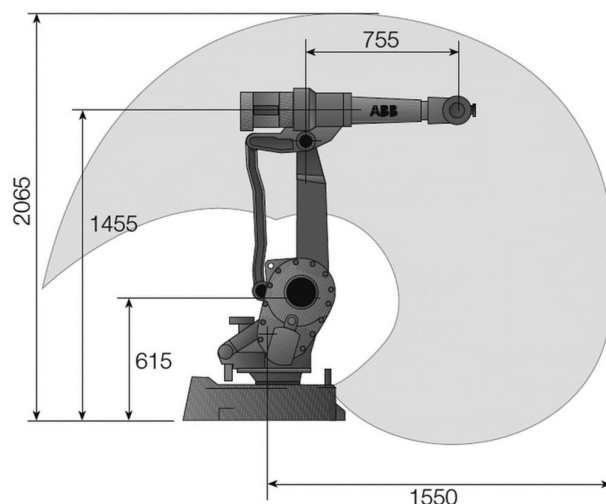
7. Roboty przemysłowe

Roboty przemysłowe to maszyny manipulacyjne o wielu stopniach swobody, sterowane automatycznie zgodnie z przygotowanym programem [19]. Roboty przemysłowe stopniowo i konsekwentnie zastępują ludzi w kolejnych sektorach przemysłu. Jedno z pierwszych takich urządzeń opatentował w 1954 r. i wdrożył w 1961 r. George Devol z USA [48]. Było to mechaniczne ramię sterowane cyfrowo z wykorzystaniem elektronowych lamp próżniowych, służące do transmisji pisanego tekstu. W latach 70 ubiegłego stulecia powstały roboty sterowane przez programowalne mikrokomputery. Obecnie do bardziej popularnych należą roboty przemysłowe firm ABB (rys. 10), Fanuc czy Kuka.

Roboty przemysłowe zastępują ludzi wszędzie tam, gdzie wymagana jest duża precyzja pracy (np. podczas montażu układów scalonych, w fabrykach samochodów), gdzie warunki pracy są uciążliwe (np. w kopalniach) lub



↑ Rys. 10. Robot przemysłowy firmy ABB w fabryce samochodów BMW [124]



↑ Rys. 11. Obszar działania robota przemysłowego IRB 2400 produkcji ABB [124]

niebezpieczne (np. w lakierniach). Wymienione zastosowania są racjonalne, jednak nieuniknione jest również stosowanie robotów w celu przyspieszenia pracy i zwiększenia zysków finansowych kosztem zmniejszenia zatrudnienia pracowników.

Roboty przemysłowe można podzielić na dwie kategorie:

- roboty odwzorowujące dokładny, zaprogramowany lub zarejestrowany ruch,
- roboty, które w pewnym stopniu dopasowują się do postawionego im zadania, np. samodzielnie identyfikują obiekty, korygują trajektorie ruchu. Pod względem konstrukcji i ich możliwości roboty przemysłowe odróżniają się:
- liczbą stopni swobody, czyli liczbą możliwych kierunków ruchu lub osi obrotu,
- obszarem działania w przestrzeni lub na płaszczyźnie,
- strukturą kinematyczną robota (otwarty łańcuch kinematyczny, zamknięty łańcuch kinematyczny lub ich połączenie),
- zakresem obciążenia,
- prędkością i przyspieszeniem ruchu,
- dokładnością i powtarzalnością ruchu,
- sposobem sterowania ruchem,
- źródłem zasilania (elektryczne, pneumatyczne lub hydrauliczne) itp.

7.1. Proces uczenia robota przemysłowego

Proces uczenia robota określonych czynności zależy od tego, w jaki sposób jest sterowany oraz jakie ma dodatkowe czujniki. Zwykle używa się do tego celu panelu operatorskiego, wpisując poszczególne sekwencje ruchów, np. podając zakresy kątów obrotu. Do zaprogramowania bardziej złożonych czynności stosuje się specjalny język skryptowy lub rozbudowane programy z interfejsem graficznym [45]. Niektóre roboty pozwalają na naukę ruchu poprzez rejestrację ruchu specjalnego manipulatora uczącego.

Odwzorowanie przez urządzenie ściśle zaprogramowanych sekwencji ruchu nie zawsze jest wystarczające. Zwykle wymaga większej ingerencji w proces technologiczny i jego przystosowania. Często wyposaża się roboty w dodatkowe czujniki, a nawet elementy sztucznej inteligencji, żeby radziły sobie z nieoczekiwanymi sytuacjami. Przykładowo, montuje się specjalistyczne systemy analizy optycznej rozpoznające kształty obiektów, żeby robot potrafił uchwycić przedmioty z taśmy produkcyjnej ułożone w dowolny sposób.

7.2. Bezpieczeństwo pracy robota

Robotyzacja procesów przemysłowych niesie za sobą pewne zagrożenia. Roboty wykonują często skomplikowane i szybkie ruchy. Już na etapie programowania należy uwzględnić ryzyko kolizji robota z innym robotem, człowiekiem bądź obiektami znajdującymi się w jego pobliżu. Podstawową metodą zabezpieczenia jest sprzętowe ograniczenie ruchu ramienia robota do niezbędnego minimum oraz przygotowanie systemów awaryjnego hamowania. Buduje się specjalne bariery ochronne (fizyczne lub optyczne), które w razie wykrycia potencjalnego zagrożenia uruchamiają procedurę awaryjną. Na rysunku 11 pokazano przykładowy ograniczony obszar działania robota przemysłowego. □

Fragment pochodzi z książki:

Sterowanie procesami technologicznymi w produkcji żywności,
Marek Ludwicki, Michał Ludwicki, Wydawnictwo Naukowe PWN



**Nowoczesne
technologie**
dla inżynierów
i operatorów!

**Optymalizuj procesy ważenia,
dozowania i pakowania dzięki
najnowszym rozwiązaniom
technologicznym.**

Sięgnij po kwartalnik „Ważenie, Dozowanie,
Pakowanie” i poznaj innowacje, które ułatwią
Twoją pracę!

**WAŻENIE
DOZOWANIE
PAKOWANIE**
kwartalnik techniczno-informacyjny

Zamów prenumeratę:
prenumerata@industrypublisher.com

Pomiary nietypowych parametrów procesów przemysłu spożywczego

✎ Marek Ludwicki, Michał Ludwicki

Podstawą intensywnego na całym świecie rozwoju automatyzacji jest równoczesny rozwój techniki pomiarowej – możliwości precyzyjnego i niezawodnego kontrolowania parametrów procesów, które chcemy automatyzować. Pomiary parametrów typowych, takich jak np. temperatura, ciśnienie, przepływ płynów, występujące w wielu innych branżach przemysłu, są proste ze względu na dużą dostępność czujników i przetworników produkowanych przez wiele różnych firm. Dużo trudniejsze są pomiary wielkości specyficznych dla poszczególnych technologii przemysłu spożywczego, np. przemysłu fermentacyjnego czy cukrownictwa, takich jak np. alkaliczność, stężenie suchej substancji, przesycenie. Jak podano w podrozdz. 12.8, tutaj jest znacznie mniejszy wybór rozwiązań i producentów, większe trudności eksploatacyjne i często mniejsza pewność pomiaru.

W dalszej części rozdziału omówiono kilka rozwiązań opracowanych przy współudziale autora niniejszej książki i wdrożonych w przemyśle.

1. Miernik zakażenia mikrobiologicznego zawartości ekstraktora cukrowniczego

Efektem zakażeń mikrobiologicznych występujących w procesie technologicznym otrzymywania cukru z buraków cukrowych są straty sacharozy. Substancje powstające w wyniku działania mikroorganizmów powodują też powstawanie dodatkowych ilości soli wapniowych, zwiększenie zabarwienia produktu końcowego, trudności filtracji i krystalizacji. Proces ekstrakcji jest szczególnie narażony na występowanie zakażeń mikrobiologicznych, ze względu na średnie pH soku (ok. 6,5), sprzyjającą, niewysoką temperaturę (50–70°C), ciągłe wprowadzanie mikroorganizmów z krajanką buraczaną i znaczne rozwinięcie powierzchni krajanki.

Prowadzenie procesu ekstrakcji w odpowiednich warunkach mikrobiologicznych wymaga znajomości stopnia zakażenia zawartości ekstraktora i ewentualnego jej odkażania, np. formaliną. Stopień zakażenia soków cukrowniczych można określić na podstawie:

- obliczenia liczby bakterii w 1 cm³ soku,
- pomiaru skutku działalności biochemicznej drobnoustrojów.

Obliczenie liczby bakterii w 1 cm³ soku może być realizowane przez liczenie pod mikroskopem, metodą płytkową lub z wykorzystaniem statystycznej metody rozcieńczeń. Dokładne badania mikrobiologiczne są skomplikowane i pracochłonne. Mogą być wykonywane tylko przez osoby

odpowiednio przygotowane, a ich wyniki uzyskuje się często po kilkudziesięciu godzinach od pobrania próbki.

Do pośrednich metod określania stopnia zakażenia zawartości ekstraktora, wykorzystujących skutki działalności drobnoustrojów, należą:

- pomiar zmian wartości pH,
- miareczkowe oznaczanie kwasowości,
- oznaczanie zawartości kwasu mlekowego,
- pomiar zawartości azotynów,
- chemiczne oznaczanie zawartości związków redukujących,
- elektrochemiczne określanie wartości potencjału redoks.

Spośród wymienionych metod jedynie elektrochemiczny pomiar wartości potencjału redoks może być wykorzystany do ciągłego, automatycznego określania stopnia zakażenia. Metoda elektrochemiczna polega na pomiarze potencjału towarzyszącego procesom utleniania i redukcji występującym podczas intensywnego rozwoju mikroorganizmów.

Charakterystyczną cechą układów biologicznych, w których określa się potencjał redoks w warunkach laboratoryjnych, jest brak równowagi termodynamicznej i ciągłe zmiany mierzonego napięcia. Powoduje to trudności w określaniu wartości tego potencjału, wynikające z przemian zachodzących w badanym roztworze, np. podczas przenoszenia go do naczynia pomiarowego, czy z polaryzowania się elektrod ogniwa elektrochemicznego.

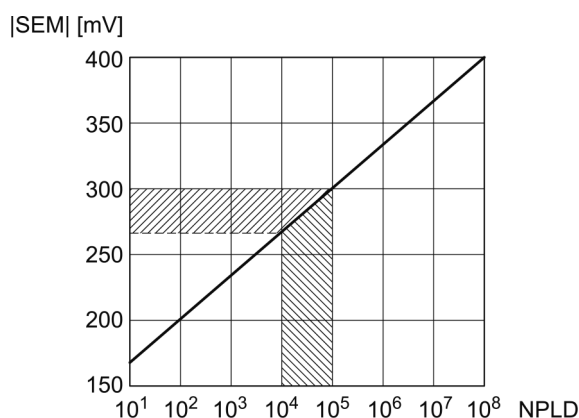
Przedstawione wyżej trudności mogą być wyeliminowane przez zainstalowanie elektrod czujnika pomiarowego wewnątrz ekstraktora, a zwłaszcza przez zastosowanie specjalnego czujnika wmontowanego w dolną ścianę aparatu, opracowanego w Zespole Pomiarów i Automatyki Zakładu Cukrownictwa Politechniki Łódzkiej [10, 13, 39]. Stałe tarcie krajanki buraczanej o powierzchnię metalowej elektrody pomiarowej eliminuje wtedy zakłócający wpływ polaryzowania się ogniwa elektrochemicznego. Takie rozwiązanie umożliwia kontrolowanie stopnia zakażenia mikrobiologicznego zawartości ekstraktora w sposób ciągły oraz zautomatyzowanie dozowania środka odkażającego.

Wygląd zestawu MZ-8 do elektrochemicznego pomiaru stopnia mikrobiologicznego zakażenia zawartości ekstraktora cukrowniczego [146] pokazano na rys. 1.

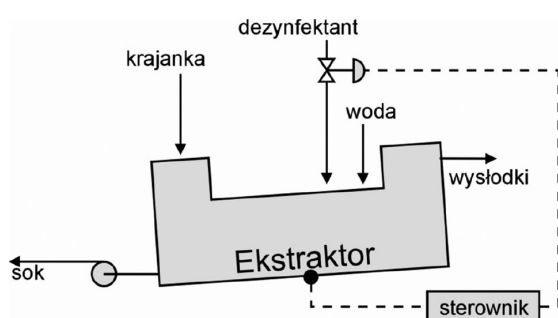
W czujniku wkręcanym w dno ekstraktora jest umieszczona platynowa elektroda pomiarowa potencjału redoks i porowata przegroda mostka elektrolitycznego, łączącego wnętrze aparatu z chlorosrebrową elektrodą porównawczą. Elektroda porównawcza jest umieszczona na zewnątrz w specjalnym pojemniku, a mostek elektrolityczny jest wypełniony 3% roztworem KCl pod pewnym nadciśnieniem. Takie rozwiązanie



↑ Rys. 1. Czujnik, przetwornik i elementy mostka elektrolitycznego elektrochemicznego miernika zakażenia mikrobiologicznego MZ-8 [146]



↑ Rys. 2. Charakterystyka pomiarowa czujnika redoks – zależność SEM ogniwa redoks od najbardziej prawdopodobnej liczby drobnoustrojów NPLD [10]



↑ Rys. 3. Przykład schematu automatycznego kontrolowania stopnia mikrobiologicznego zakażenia zawartości ekstraktora cukrowniczego

zapobiega zanieczyszczaniu mostka cieczą z ekstraktora. Siła elektromotoryczna ogniwa pomiarowego jest funkcją aktywności mikrobiologicznej mikroorganizmów wewnątrz aparatu, co ilustruje wykres na rys. 2. Na rysunku tym pokazano zależność wartości siły elektromotorycznej ogniwa redoks (SEM) w mV od oznaczanej metodami mikrobiologicznymi

najbardziej prawdopodobnej liczby drobnoustrojów w 1 cm^3 roztworu (NPLD). Obszar zakresowany określa zakres normalnego poziomu zakażenia zawartości ekstraktora bakteriami termofilnymi ($\text{SEM} = 260\text{--}300 \text{ mV}$). Przy wzroście SEM powyżej 300 mV należy do ekstraktora dozować środek sterylizujący. Siła elektromotoryczna ogniwa pomiarowego jest przekształcana w przetworniku pomiarowym na standardowy sygnał pomiarowy $4\text{--}20 \text{ mA}$, który może być rejestrowany w rejestratorze lub w systemie informatycznym.

Schemat zautomatyzowania odkażania zawartości ekstraktora cukrowniczego pokazano na rys. 3. Po przekroczeniu maksymalnego poziomu zakażenia mikrobiologicznego specjalny sterownik dozuje w sposób impulsowy dezynfektant, czekając na reakcję obiektu po dodaniu każdej porcji. Dobranie okresu impulsowania i porcji dezynfektantu umożliwia zrealizowanie sterowania poziomem zakażenia mikrobiologicznego w ekstraktorze zarówno korytowym (poziomym), jak i wieżowym (pionowym) [20].

Elektrochemiczny miernik zakażenia zawartości ekstraktora cukrowniczego został zainstalowany w kilkudziesięciu cukrowniach w Polsce i za granicą. Może on znaleźć zastosowanie i w innych przemysłach, w których jest wymagane kontrolowanie biochemicznej aktywności mikroorganizmów.

2. Automatyczny analizator kondensatu z wyparki

Stosowanie w przemyśle cukrowniczym wysokoprężnych kotłów parowych o dużej wydajności wymaga zwrócenia szczególnej uwagi na jakość wody zasilającej te kotły. Podczas kampanii wielodziałowa stacja wyparna cukrowni jest ogrzewana parą z kotłów rozprężoną uprzednio w turbinie bądź zredukowaną do ciśnienia $200\text{--}250 \text{ kPa}$. Skropliny z pierwszego działu wyparki są (pod warunkiem szczelnej komory grzejnej) prawie czystą wodą destylowaną i cała ich ilość może być użyta do powtórnego zasilania kotłów. Mimo stosowania zamkniętego obiegu powstają jednak pewne straty wskutek zużycia wody lub pary do innych celów technologicznych, a także wskutek odmulania kotłów. Brakująca objętość wody jest uzupełniana skroplinami z II działu stacji wyparnej. Ponieważ podczas zagęszczania soku w wyparce wielodziałowej zdarzają się przerzuty soku do komory parowej następnego działu, skropliny z tego działu mogą zawierać cukier. Zacukrzonych skroplin nie można użyć do zasilania kotłów, gdyż spowodowałoby to ich uszkodzenie, można natomiast wykorzystać je do innych celów.

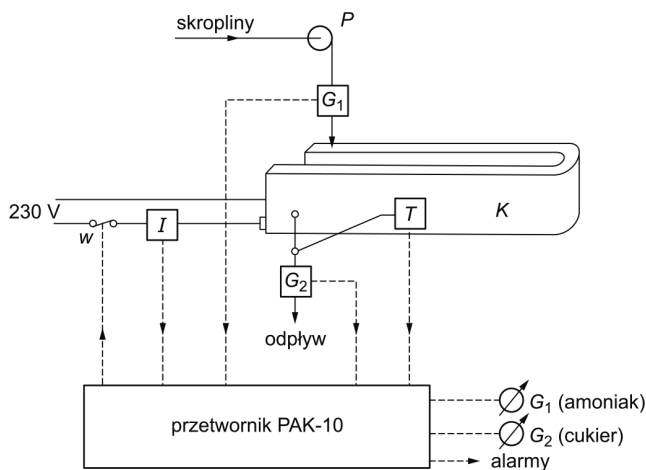
W cukrowniach przerzuty soku z wyparki do skroplin wykrywa się za pomocą okresowego, ręcznego, chemicznego badania obecności sacharozy w kondensatach. Wykorzystuje się w tym celu barwne reakcje z alfa-naftolem lub epolem w środowisku stężonego kwasu siarkowego. Metoda ta, chociaż bardzo czuła, gdyż pozwala na wykrycie śladowych ilości sacharozy (ok. 5 mg/dm^3), ma szereg wad. Wymaga stosowania czystych odczynników, ponieważ niewielkie ilości domieszek (np. azotanów) zawartych w kwasie dają również dodatni wynik. Jest kłopotliwa do stosowania w warunkach fabrycznych i nie pozwala na ilościową ocenę zawartości

cukru w skroplinach. Ze względu na okresowość wykonywania nie zabezpiecza w sposób pewny kotłowni przed skutkami przerzutów soku w wyparce.

Z powyższych względów w wielu ośrodkach prowadzi się prace nad zastosowaniem innych metod analitycznych i innych reakcji chemicznych służących do wykrywania śladowych ilości sacharozy w kondensacie. Znałe są dwa rodzaje automatycznych analizatorów pozwalających na ciągłą kontrolę zawartości sacharozy w skroplinach ze stacji wyparnej w cukrowni. Pierwszy z nich wykorzystuje fotometr płomieniowy wykrywający obecność w kondensacie niewielkich ilości soli potasowych towarzyszących sacharozie w soku zagęszczanym w wyparce. Jest to dość skomplikowane analityczne urządzenie optyczne, wrażliwe na trudne warunki pracy w cukrowni i wymagające zasilania czystym powietrzem oraz palnym gazem, np. acetylenem lub propanem-butanem. Równie skomplikowany jest ciągły analizator kolorymetryczny, naśladujący właściwie pracę laborantki i wykorzystujący wymienione wyżej reakcje barwne. Jest to także urządzenie optyczne, wymagające zapewnienia ciągłego dopływu nie tylko skroplin, ale i odpowiednich, czystych odczynników, w tym stężonego kwasu siarkowego.

W celu umożliwienia prostego, ciągłego i automatycznego pomiaru zawartości cukru w kondensacie w Zespole Pomiarów i Automatyki Zakładu Cukrownictwa Politechniki Łódzkiej opracowano urządzenie do wykrywania śladowych ilości cukru i niektórych innych jonów w skroplinach ze stacji wyparnej w cukrowni [36, 40, 93]. W założeniach konstrukcji aparatu wykorzystano fakt, że sok zagęszczany w wyparce zawiera oprócz sacharozy również pewne ilości związków o charakterze jonowym – głównie soli sodowych i potasowych – oraz że stosunek stężenia tych soli do zawartości sacharozy jest w przybliżeniu stały. W przypadku więc przerzutu soku z I działu do komory grzejnej II działu stacji wyparnej w skroplinach z tego działu znajdzie się niewielka ilość związków sodowych i potasowych, których stężenie będzie proporcjonalne do objętości przerzuczonego soku. Stężenie to można by oznaczyć konduktometrycznie. W skroplinach z II działu stacji wyparnej znajdują się jednak amoniak i dwutlenek węgla, pochodzące z rozkładu związków amidowych i wodorowęglanów zawartych w soku rzadkim. Obecność tych lotnych związków jonowych przewodzących prąd elektryczny zniekształcałaby wynik pomiaru. Z tego względu przed dokonaniem konduktometrycznego pomiaru stężenia soli towarzyszących sacharozie jest konieczne oddzielenie związków lotnych przez oddestylowanie.

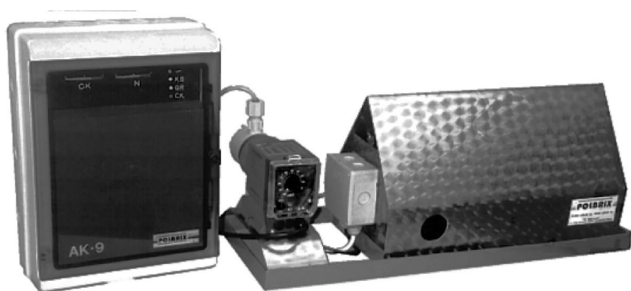
Analizator kondensatu AK-10 [6, 146] jest przeznaczony do konduktometrycznego wykrywania w skroplinach z urządzeń grzejnych śladowych ilości zanieczyszczeń o charakterze jonowym; umożliwia ciągłą analizę kondensatu zawierającego substancje lotne, np. węglan amonowy, amoniak czy rozpuszczony dwutlenek węgla. W przemyśle cukrowniczym wykrywa przerzuty soku do komory grzejnej wyparki wielodziałowej. Dodatkowo umożliwia pomiar stężenia lotnych związków amonowych, których zawartość jest związana z funkcjonowaniem stacji oczyszczania soków.



↑ Rys. 4. Schemat głowicy pomiarowej analizatora kondensatu [146]: P – pompa, G₁ – czujnik konduktometryczny 1, K – korytka przepływowe, G₂ – czujnik konduktometryczny 2, I – czujnik przepływu prądu, T – czujnik temperatury

Sygnały pomiarowe analizatora mogą być rejestrowane, a sygnał alarmowy może sterować zaworami kierującymi odprowadzenie kondensatu z wodniarki wyparki. Działanie aparatu polega na ciągłym zagęszczaniu kondensatu i oddestylowywaniu z niego związków lotnych, a następnie na konduktometrycznym określaniu stężenia nielotnych związków jonowych, np. soli sodowych czy potasowych. Dodatkowy czujnik konduktometryczny mierzy w badanym kondensacie stężenie sumy związków dysocjujących. Przekroczenie założonego poziomu stężenia związków nielotnych świadczy o wystąpieniu przerzutu soku w wyparce i jest sygnalizowane. W celu zapewnienia niezawodności działania aparat wyposażono w wiele układów zabezpieczających oraz sygnalizatory stanów nieprawidłowych, np. braku dopływu kondensatu czy uszkodzenia grzejnika.

Schemat automatycznego analizatora kondensatu z wyparki pokazano na rys. 4. Skropliny są dozowane z wydajnością ok. 2 dm³/h pompką dozującą P do przepływowego czujnika konduktancji G₁. Czujnik ten mierzy przewodność elektryczną kondensatu i tym samym stężenie w nim sumy związków jonowych – praktycznie stężenie związków amonowych. Następnie skropliny są wprowadzane do przepływowego korytka K, wykonanego ze stali nierdzewnej, w którym jest umieszczony grzejnik elektryczny. Przepływający przez korytka kondensat jest częściowo odparowywany i w ten sposób zagęszczany i pozbawiany związków lotnych. Na wypływie z korytka jest zainstalowany drugi przepływowy czujnik konduktancji G₂. Jeśli przez głowicę pomiarową analizatora przepływa czysty kondensat, to skropliny opuszczające korytka K są prawie czystą wodą destylowaną i ich konduktancja jest bardzo mała. W przypadku wystąpienia w wyparce przerzutu do kondensatu pewnej objętości soku rzadkiego, przewodność G₁ praktycznie nie wzrośnie, natomiast w skroplinach opuszczających aparat pojawi się pewna ilość nielotnych związków jonowych (sodowych i potasowych) towarzyszących sacharozie w soku zagęszczanym w wyparce i nastąpi wzrost przewodności G₂.



↑ Rys. 5. Wygląd przetwornika i głowicy pomiarowej analizatora kondensatu AK-10 [146]

Sygnały pomiarowe G_1 i G_2 są wykorzystane w przetworniku PAK-10 do pomiaru w skroplinach stężenia związków amonowych oraz zawartości soku z wyparki („cukru”). Przekroczenie założonego poziomu stężenia soku w kondensacie jest odpowiednio sygnalizowane. Na rysunku 4 przedstawiono również dwa układy zapewniające prawidłową pracę analizatora. Czujnik temperatury T zabezpiecza grzejnik w przypadku braku przepływu kondensatu przez korytko, wyłączając jego zasilanie wyłącznikiem W (sygnalizując jednocześnie stan awaryjny), natomiast czujnik przepływu prądu I sygnalizuje uszkodzenie grzejnika.

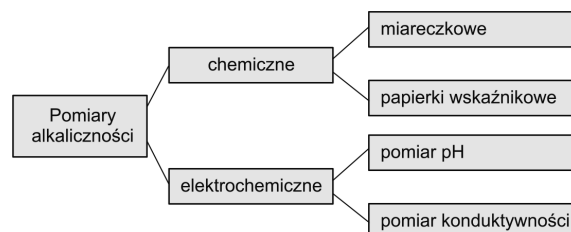
Analizator kondensatu ma standardowo czułość odpowiadającą czułości stosowanego powszechnie w cukrownictwie do wykrywania śladowych ilości sacharozy odczynnika EPOL; czułość tę można w razie potrzeby zwiększyć. Aparat dostarcza dwóch analogowych pomiarowych sygnałów standardowych 4–20 mA (cukier i amoniak) oraz dwóch dwustanowych sygnałów alarmowych (cukier w kondensacie i awaria analizatora).

Automatyczny analizator kondensatu z wyparki został uruchomiony w kilkudziesięciu cukrowniach w kraju i za granicą. Może on znaleźć zastosowanie i w innych przemysłach, w których jest wymagane kontrolowanie jakości kondensatów z wyparek i wymienników ciepła. Wygląd automatycznego analizatora kondensatu AK-10 pokazano na rys. 5.

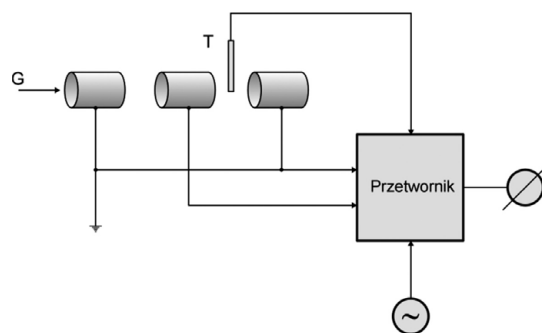
3. Alkalimetr konduktometryczny

Alkaliczność i kwasowość roztworów to jedne z podstawowych wskaźników technologicznych w produkcji żywności. Wielkości te określa się najczęściej metodami chemicznymi lub elektrochemicznymi, pokazanymi na schemacie (rys. 6).

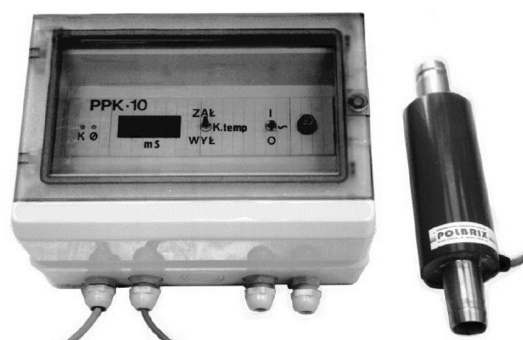
Konduktywność (przewodnictwo elektryczne właściwe) roztworów elektrolitów jest funkcją ich stężenia i temperatury. Zależy też od charakteru elektrolitu (jego zdolności dysocjacji na jony) oraz rodzaju rozpuszczalnika (jego zdolności do tworzenia solwatów i wartości przenikalności elektrycznej). Pomiar konduktywności jest najczęściej wykorzystywany do określania stężenia wodnych roztworów elektrolitów, takich jak: sole, kwasy i zasady. Ze względu na nieselektywność metody pomiarowej może być ona stosowana wyłącznie w roztworach o stałym składzie chemicznym i w zakresie niewielkich stężeń, gdyż tylko wtedy można uzyskać liniową charakterystykę pomiarową (p. 12.5.2).



↑ Rys. 6. Metody oznaczania alkaliczności i kwasowości



↑ Rys. 7. Schemat blokowy przepływowego alkalimetru konduktometrycznego (G – strumień badanej cieczy, T – czujnik temperatury, $\sim$ – generator)



↑ Rys. 8. Wygląd przetwornika i czujnika alkalimetru konduktometrycznego [146]

Pomiary konduktancji roztworów elektrolitów wymagają zastosowania specjalnych czujników konduktometrycznych przystosowanych do konkretnego rodzaju pomiaru, ale łatwo można je wykonać w wersji przystosowanej do ciągłych pomiarów przepływowych. Ze względu na bardzo dużą wartość temperaturowego współczynnika konduktancji (ok. 2,5% na stopień) konieczne jest automatyczne kompensowanie zmian temperatury badanego roztworu.

Alkalimetr konduktometryczny opracowany w Zespole Pomiarów i Automatyki Zakładu Cukrownictwa Politechniki Łódzkiej [9, 31] składa się z przepływowego czujnika CK-10 i elektronicznego przetwornika pomiarowego AC-2 lub PPK-10 z cyfrowym wyświetlaczem wartości mierzonej oraz automatyczną kompensacją zmian temperatury badanego roztworu (rys. 7 i 8). Wyjście analogowego sygnału

standardowego umożliwia realizację pomiarów ciągłych, połączenie urządzenia z systemem centralnej rejestracji i przetwarzania danych lub włączenie go w układ automatycznej regulacji. Alkalimetr umożliwia ciągłe pomiary kwasowości lub alkaliczności roztworów, np. w soków owocowych, napojów, półproduktów przemysłu skrobiowego czy cukrowniczego. Specjalna konstrukcja czujnika (rys. 7) pozwala na dokonywanie pomiarów w roztworze uziemionym, w strumieniu cieczy płynącej rurociągiem technologicznym.

4. Elektrochemiczny analizator związków wapnia

Przykładem niekonwencjonalnego urządzenia pomiarowego, znajdującego zastosowanie w warunkach laboratoryjnych i w ciągu technologicznym jest elektrochemiczny, potencjometryczny analizator związków wapnia w roztworach, wykorzystujący ogniwo z elektrodą jonoselektywną [37, 38, 43].

Stężenie związków wapnia, tzw. soli wapniowych, jest jednym z podstawowych kryteriów oczyszczania roztworów w cukrownictwie. Ich nadmierna ilość jest przede wszystkim źródłem trudności w dalszym procesie technologicznym, w tym zanieczyszczania się powierzchni grzejnej stacji wyparnej. Wciąż doskonała technologia oraz rosnące wymagania jakości produkcji implikują stosowanie w przemyśle cukrowniczym szybkich, czułych i dokładnych metod analitycznych oraz nowoczesnych przyrządów analitycznych, zastępujących sposoby tradycyjne, często pracochłonne i niekiedy subiektywne. Szczególnie pożądane są metody umożliwiające samoczynne sterowanie procesami, np. procesem II saturacji, której zadaniem jest doprowadzenie do minimum zawartości soli wapniowych.

Tradycyjne metody oznaczania związków wapnia to:

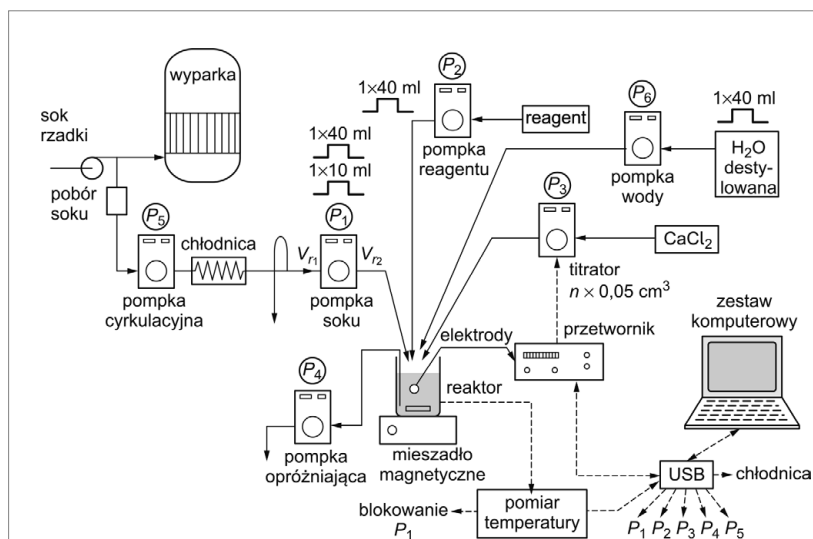
- metody strąceniowe (np. szczawianowa) – długotrwałe i pracochłonne,
- metody miareczkowe tradycyjne (manganometryczna lub z użyciem mydła potasowego wg Pelleta) – szybkie, ale mało dokładne,
- metoda miareczkowa kompleksometryczna (wersenianowa) – szybka, na ogół dokładna, ale obarczona subiektywnymi błędami oceny zmiany zabarwienia wskaźnika, niekiedy trudnej do uchwycenia zwłaszcza w roztworach silnie zabarwionych,
- metody instrumentalne – konduktometryczne, potencjometryczne, fluorymetryczne czy spektrofotometryczne.

Nowoczesne metody analityczne oznaczania związków wapnia wykorzystują bądź specjalne aparaty oznaczające stężenie jonów wapnia metodami fizykochemicznymi, bądź stosując miareczkową analizę kompleksometryczną z obiektywną oceną końca miareczkowania. Do pierwszej grupy należy

m.in. spektrofotometria atomowa, polegająca na pomiarze natężenia światła zaabsorbowanego przez wzbudzone atomy oznaczanego pierwiastka. Wymaga ona stosowania kosztownych i skomplikowanych analizatorów, ale jest bardzo szybka i dokładna.

Spośród dużej grupy instrumentalnych metod analitycznych dużą popularnością cieszą się metody potencjometryczne wykorzystujące pomiary siły elektromotorycznej ogniwa złożonego z jonoselektywnej elektrody pomiarowej i elektrody odniesienia. Niestety niezbyt duża powtarzalność i stabilność obecnie produkowanych elektrod jonoselektywnych utrudnia stosowanie opisanej metody do bezpośrednich oznaczeń stężenia jonów w roztworach, wymagając częstego kalibrowania ogniwa przez wyznaczanie tzw. krzywej wzorcowej. Z powodzeniem natomiast można wykorzystywać ogniwa z elektrodami jonoselektywnymi do obiektywnego identyfikowania punktu równoważnikowego w różnego rodzaju oznaczeniach miareczkowych. Sposób ten umożliwia dokonywanie szybkich i dokładnych oznaczeń nawet w roztworach mętnych i silnie zabarwionych. Zastosowanie półautomatycznych i automatycznych titratorów wraz z odpowiednim oprogramowaniem komputerowym znacznie upraszcza tok dokonywania analizy.

W Zespole Pomiarów i Automatyki Zakładu Cukrownictwa Politechniki Łódzkiej, przy współpracy z firmą KEBO Spezial-Chemikalien, opracowano elektrochemiczny automatyczny analizator soli wapniowych, który może być wykorzystany w przemyśle do kontrolowania jakości półproduktów [33]. Analizator (rys. 9) składa się z reaktora umieszczonego na mieszadle magnetycznym. W reaktorze znajduje się elektrochemiczne ogniwo pomiarowe zbudowane z jonoselektywnej elektrody wapniowej oraz chlorosrebrowej elektrody odniesienia. Do reaktora jest wprowadzana za pomocą pompki dozującej P_1 odmierzona porcja badanego roztworu, np. soku rzadkiego, a za pomocą pompki P_2 odmierzona porcja reagentu (roztworu wersenianu). Dozowany sok jest



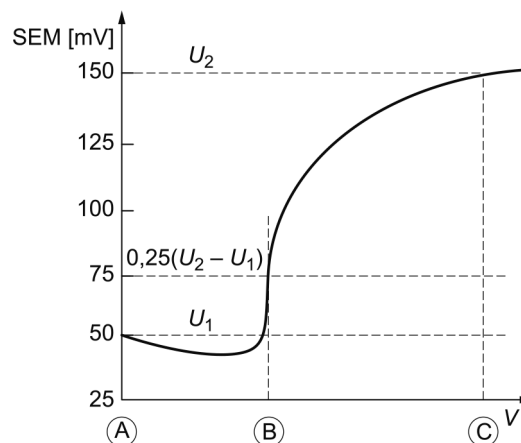
↑ Rys. 9. Schemat blokowy elektrochemicznego analizatora soli wapniowych

wcześniej chłodzony do temperatury ok. $+30^{\circ}\text{C}$ w specjalnej przepływowej chłodnicy z ogniwami Peltiera. Pompka dozująca P_3 dostarcza do reaktora kontrolowany strumień titrantu (roztworu chlorku wapnia), a przetwornik pomiarowy mierzy potencjał elektrody pomiarowej i steruje całym procesem analizy, współpracując z odpowiednim programem zainstalowanym w komputerze. Pompka P_4 służy do opróżniania reaktora po zakończeniu analizy, a pompka P_6 do dozowania wody destylowanej przepływającej reaktor.

Działanie analizatora polega na tym, że umieszczona w reaktorze określona objętość badanego roztworu soli wapniowych wraz z nadmiarem reagentu (odczynnika kompleksującego EDTA z dodatkiem buforu amonowego lub etyloaminy) jest automatycznie miareczkowana mianowanym roztworem chlorku wapniowego. W pobliżu punktu równoważnikowego reakcji chemicznej kompleksowania następuje znaczna zmiana stężenia jonów Ca^{2+} w roztworze i tym samym znaczny skok wartości siły elektromotorycznej SEM ogniwa pomiarowego. Przetwornik pomiarowy, mierząc wartość SEM, identyfikuje punkt równoważnikowy reakcji i, współpracując z odpowiednim programem komputerowym, pozwala na przeliczenie odpowiadającej mu objętości zużytego reagentu na zawartość soli wapniowych w próbce. Taki sposób dokonywania analizy pozwala na wyeliminowanie podstawowej wady elektrod jonoselektywnych, którą jest ich niestabilność potencjału w czasie. Ogranicza też w znacznym stopniu wpływ zmian temperatury roztworu. Analiza jest dokonywana zgodnie z przepisami zalecającymi ją do stosowania w cukrownictwie, wykorzystując jedynie zamiast subiektywnej oceny zmiany zabarwienia mieszaniny reagentów, obiektywny czujnik elektrochemiczny.

Typową krzywą miareczkowania nadmiaru EDTA roztworem chlorku wapniowego przedstawiono na rys. 10. Jest to zależność siły elektromotorycznej SEM ogniwa pomiarowego od objętości V dodanego titrantu. Po rozpoczęciu miareczkowania (punkt A) wartość SEM ogniwa pomiarowego nieco maleje, by następnie w punkcie równoważnikowym (B) gwałtownie wzrosnąć i po pewnym czasie osiągnąć poziom zbliżony do asymptoty (punkt C). Próby identyfikowania punktu równoważnikowego przez elektroniczne różniczkowanie przebiegu zmian SEM nie dały pozytywnych rezultatów, z powodu znacznej wrażliwości członów różniczkujących na zakłócenia napięcia z ogniwa pomiarowego, wynikające z obracania się mieszadełka w naczyniu reakcyjnym oraz z cyklicznego dozowania reagentu. W związku z tym, w urządzeniu zastosowano detektor progowy (komparator) napięcia, reagujący na przekroczenie założonej wartości siły elektromotorycznej ogniwa pomiarowego w miejscu najbardziej stromego przebiegu krzywej miareczkowania, przy $\text{SEM} = 0,25(U_2 - U_1)$.

Wykorzystanie opisanego sposobu pomiaru pozwoliło na daleko idące zautomatyzowanie procedury oznaczenia i skompensowanie nawet znacznej niestabilności parametrów ogniwa pomiarowego. Przed wykonaniem pierwszej serii pomiarów przeprowadza się wstępne kalibrowanie ogniwa pomiarowego, polegające na doświadczalnym wyznaczeniu

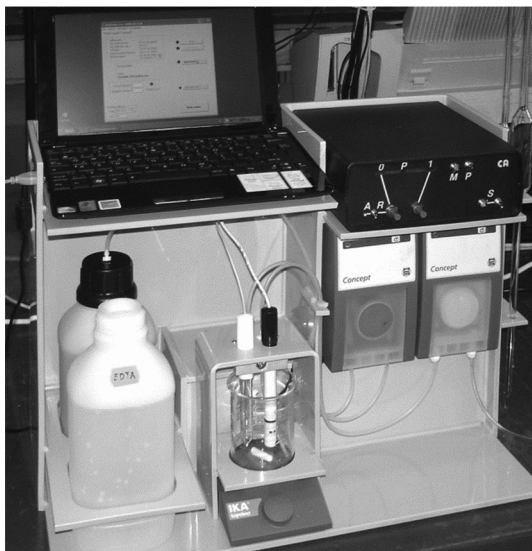


↑ Rys. 10. Krzywa miareczkowania roztworu EDTA roztworem chlorku wapnia: A – początek miareczkowania, B – punkt równoważnikowy reakcji kompleksowania, C – obszar znacznego przemiareczkowania

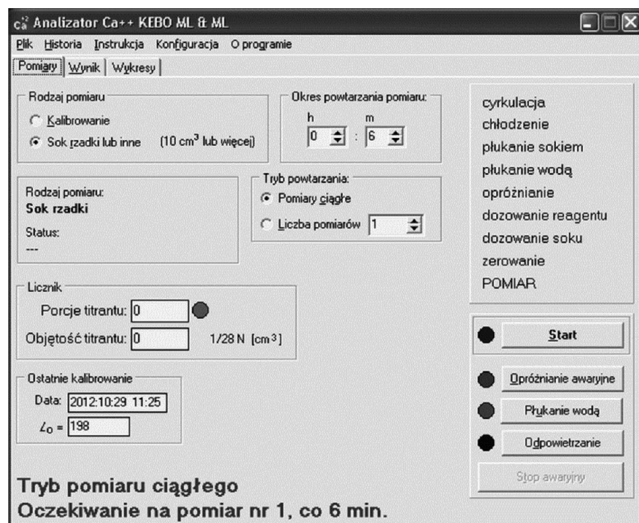
(w roztworze reagentu i w roztworze przemiareczkowanym) i zapamiętaniu napięć U_1 i U_2 . Kolejnym etapem wstępnym jest kalibrowanie miareczkowania roztworu wzorcowego – odpowiednik mianowania obu wykorzystywanych reagentów: 1/28-N roztworu wersenianu i 1/28-N roztworu chlorku wapnia. Miareczkowanie to jest wykonywane całkowicie automatycznie i pozwala na określenie objętości stosowanego roztworu CaCl_2 koniecznej do zmiareczkowania określonej objętości stosowanego roztworu EDTA. Miareczkowanie kalibrujące przeprowadza się tylko po długich przerwach w pracy urządzenia oraz przy zmianie elektrod lub odczynników. Zapamiętanie stanu licznika dozownika reagentu, sterowanie wszystkimi zespołami analizatora i obliczanie wyników jest realizowane automatycznie przez współpracujący z analizatorem komputer z programem „Analizator Ca^{++} ” [33].

Przed każdą analizą aparat dokonuje automatycznego zerowania SEM ogniwa pomiarowego zanurzonego w roztworze reagentu, kompensującego zmiany temperatury odczynników i inne wpływy zakłócające. Podczas wykonywania właściwego miareczkowania badanego roztworu licznik dozownika reagentu określa objętość roztworu CaCl_2 dodanego do próbki do momentu osiągnięcia punktu równoważnikowego, a współpracujący z analizatorem komputer z programem „Analizator Ca^{++} ” oblicza wynik analizy w żądanych jednostkach. Na cały przebieg analizy, trwającej maksimum 6 minut, składają się następujące operacje:

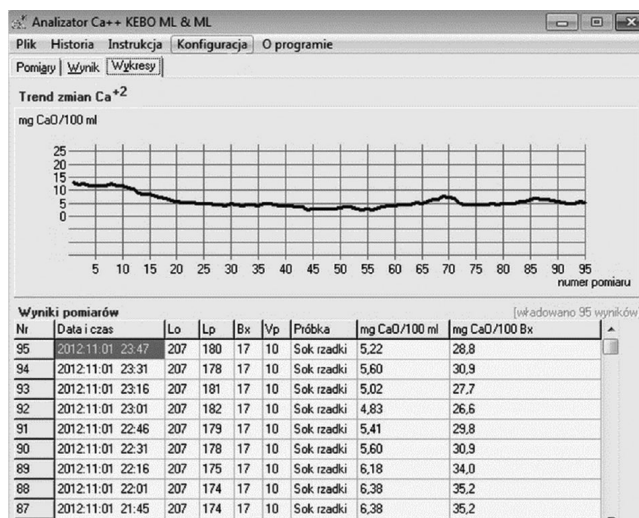
- włączenie cyrkulacji i chłodzenia,
- płukanie soki,
- opróżnianie 1,
- płukanie wodą,
- opróżnianie 2,
- dozowanie reagentu,
- dozowanie soku,
- zerowanie ogniwa pomiarowego,
- miareczkowanie reagentem,
- obliczanie wyniku.



↑ Rys. 11. Wygląd prototypu analizatora soli wapniowych



↑ Rys. 12. Ekran startowy programu „Analizator Ca++” [33]



↑ Rys. 13. Ekran programu „Analizator Ca++” z wynikami pomiarów [33]

Po wykonaniu pełnego cyklu pomiarowego aparat oczekuje do końca nastawionego wstępnie cyklu powtarzania pomiaru, a następnie wykonuje kolejny cykl pomiarowy. Wygląd prototypu aparatu i przykładowe obrazy ekranów komputera z programem „Analizator Ca⁺⁺” pokazano na rys. 11, 12 i 13.

Analizator soli wapniowych wypróbowano w warunkach laboratoryjnych i fabrycznych dokonując wielu oznaczeń w roztworach wzorcowych chlorku wapnia oraz w roztworach cukrowniczych – soku rzadkim, soku gęstym i roztworze melasu. W roztworach cukrowniczych równolegle dokonywano oznaczeń stosowaną powszechnie w polskim cukrownictwie laboratoryjną kompleksometryczną metodą odwrotną. Podczas oznaczeń w roztworach CaCl₂ osiągnięto współczynnik liniowej korelacji wyników $r = 0,9991$. Analiza statystyczna 25 oznaczeń wykonanych omawianym aparatem w roztworze chlorku wapnia o stałym stężeniu pozwoliła określić dokładność metody. Odchylenie standardowe różnic miało wartość 0,024 mg CaO, co przy zawartości 5 mg CaO w próbce odpowiada błędowi względnemu 0,48%.

Korelację wyników oznaczeń badanym aparatem i oznaczeń dokonywanych metodą tradycyjną określono, wykonując trzy serie po dziesięć analiz w różnych produktach cukrowniczych. Współczynnik korelacji liniowej obu metod był najwyższy dla oznaczeń w soku rzadkim i wyniósł 0,9967 (dla soku gęstego 0,9879 i dla melasu 0,9764). Świadczy to o bardzo dobrej zgodności metod i przydatności opracowanego analizatora do dokonywania oznaczeń stężenia soli wapnia w roztworach.

5. Inne nietypowe przetworniki pomiarowe

W praktyce technologicznej można spotkać wiele innych przetworników pomiarowych do kontrolowania nietypowych parametrów technologicznych, specyficznych dla przemysłu spożywczego. Przykłady nieomówione w tym rozdziale można znaleźć w podanej literaturze [11, 12, 31, 37, 41, 42].

Jak podano na wstępie rozdziału, posiadanie przetworników do pomiaru parametrów często nietypowych, a jednocześnie ważnych z punktu widzenia technologicznego, jest warunkiem koniecznym do zrealizowania układów kontrolujących lub automatyzujących proces technologiczny. Jest to szczególnie istotne w związku z rosnącymi wymogami wysokiej jakości, powtarzalności i bezpieczeństwa produkcji, zwłaszcza w produkcji żywności. Z tego względu wiele jednostek naukowo-badawczych i firm poszukuje nowych rozwiązań, często opracowywanych na konkretne zapotrzebowanie zakładu produkcyjnego i dlatego miernictwo przemysłowe rozwija się równie dynamicznie jak automatyka, robotyka czy informatyka. □

Fragment pochodzi z książki:

Sterowanie procesami technologicznymi w produkcji żywności,
Marek Ludwicki, Michał Ludwicki, Wydawnictwo Naukowe PWN



Nowoczesne technologie dla Twojej branży!

**Bez względu na to, czy działasz
w przemyśle spożywczym,
farmaceutycznym czy
kosmetycznym –**

w naszym kwartalniku znajdziesz rozwiązania,
które pomogą Ci usprawnić produkcję
i podnieść konkurencyjność firmy.

**WAŻENIE
DOZOWANIE
PAKOWANIE**
kwartalnik techniczno-informacyjny

Zamów prenumeratę:
prenumerata@industrypublisher.com

Ogólne metody badania żywności

Ewa Kubińska-Jabcoń, Mariusz Niekurzak, Wiktor Kubiński

1.1. Oznaczanie całkowitej zawartości arsenu i selenu w artykułach żywnościowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej z generacją wodorków (HGAAS) po mineralizacji ciśnieniowej zgodnie z normą PN-EN 14627:2005P [N1] polega na oznaczaniu tych pierwiastków w roztworze badanym (po mineralizacji ciśnieniowej) techniką atomowej spektrometrii absorpcyjnej z generacją wodorków HGAAS w połączeniu z techniką generowania par, wyrażeniu ich zawartości w badanej próbce w postaci ułamka masowego¹. W celu wyznaczenia całkowitej zawartości arsenu należy przeprowadzić reakcję, w której jony arsenowe ulegają przemianie do arsenowodoru w reakcji z borowodorkiem sodu w roztworze kwasu. Wydzielony w wyniku tej reakcji arsenowódor jest przenoszony strumieniem gazu do ogrzewanej rurki pomiarowej i ulega rozkładowi, a arsen jest oznaczany metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej przy długości fali 193,7 nm. Ze względu na różną czułość w technice generacji wodorków wykazywaną przez arsen(III) i arsen(V), dla uniknięcia błędów w pomiarach konieczna jest redukcja arsenu(V) do arsenu(III). Jeżeli jest potrzebne całkowite przekształcenie związków arsenu w wodorki, a także podczas oznaczania wszystkich różnorodnych form arsenu w artykułach żywnościowych, należy zastosować ich mineralizację w temperaturze do 320°C. Podczas reakcji jonów selenowych z borowodorkiem sodu w roztworze kwasu ulegają one przekształceniu do selenowodoru. Tą metodą generacji wodorków nie można oznaczać selenu(VI), dlatego należy dobrać takie warunki rozkładu, aby powstawał wyłącznie selen(IV). Temperatura rozkładu powinna być niższa od 280°C, aby zapobiec wzrostowi ilości selenu(VI).

Do wykonania oznaczenia będzie potrzebny spektrometr absorpcji atomowej z systemem rejestracji pomiaru i akcesoriami do generacji wodorków, lampa z katodą węgłową lub bezelektrodowa lampa wyładowcza oraz łaźnia ultradźwiękowa. Ponadto należy przygotować następujące odczynniki i roztwory: kwas chlorowodorowy (solny), kwas azotowy, roztwór jodek potasu–kwas askorbinowy, roztwór chlorowodoru hydroksyloaminy, roztwór borowodoru sodu, roztwory arsenu (podstawowy, wzorcowy i kalibracyjny)

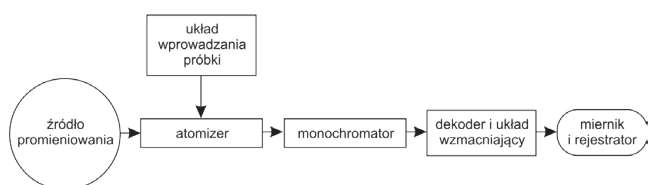
do oznaczania ilości arsenu, roztwory selenu (podstawowy, wzorcowy i kalibracyjny) do oznaczania ilości selenu oraz roztwory kompensujące (wzorcowy i zerowy). Roztwory wzorcowe arsenu i selenu powinny zawierać odpowiednie ilości kwasu chlorowodorowego, np. 3 cm³ HCl na 100 cm³ roztworu. Roztwory kalibracyjne arsenu i selenu można przygotować z odpowiednich rozcieńczonych roztworów wzorcowych w naczyniu stosowanym do pomiarów przez dodanie odczynników do redukcji wstępnej. Roztwór zerowy kompensujący zawiera wodę i kwas w identycznym stężeniu jak w roztworze próbki. Wszystkie odczynniki i roztwory przed wykonaniem oznaczenia należy przygotować według procedury opisanej w normie przedmiotowej.

W celu oznaczenia całkowitej zawartości arsenu do naczynia stosowanego do pomiarów w systemie do generacji wodorków należy wprowadzić i dokładnie wymieszać po 2 cm³ roztworu kalibracyjnego i kwasu chlorowodorowego, po czym dodać 1 cm³ roztworu jodek potasu–kwas askorbinowy i po wymieszaniu odstawić na 45 min w otwartym naczyniu w temperaturze pokojowej. Następnie roztwór należy rozcieńczyć do 10 cm³ wodą i mieszać do uzyskania roztworu gotowego do pomiaru. Jeżeli roztwór kalibracyjny jest przygotowany bezpośrednio w naczyniu stosowanym do pomiarów, to należy użyć odpowiedniej ilości roztworu wzorcowego, rozcieńczyć do 2 cm³ zerowym roztworem kompensującym i postępować analogicznie jak opisano powyżej.

Roztwory zabarwione na żółto nie nadają się do analizy, ponieważ wykazują błędne wyniki pomiarów. Aby uniknąć powstania takiego zabarwienia, należy wprowadzić 1 cm³ chlorowodoru hydroksyloaminy, 2 cm³ roztworu kalibracyjnego, wymieszać substancje, pozostawić na 15 min i po dodaniu kwasu chlorowodorowego postępować jak opisano powyżej.

Użycie roztworu kompensującego i roztworu próbki powinno być wyrównane przez dodanie odpowiedniej ilości zerowego roztworu kompensującego, tak aby użyta ilość roztworu próbki była mniejsza niż 2 cm³. Wszelkie rozcieńczenia należy wykonać za pomocą zerowego roztworu kompensującego przed redukcją wstępną. Stężenia kwasu i czynnika redukcyjnego powinny być takie same we wszystkich roztworach badanych. Dla uniknięcia problemów podczas redukcji wstępnej nie należy dozować więcej niż 20 roztworów w jednej serii.

Do oznaczenia całkowitej zawartości selenu najpierw przygotowuje się wstępny roztwór po mineralizacji. W tym celu badany roztwór odstawia się na 12 h (na całą noc) luźno przykrywając naczynie z mineralizatorem dla ochrony przed



↑ Rys. 1. Schemat spektrometru absorpcji atomowej

zanieczyszczeniem, po czym ogrzewa się roztwór przez 5 min na łaźni ultradźwiękowej przy maksymalnej mocy. Roztwór uzupełnia się wodą do wymaganej objętości, upewniając się, że ilość kwasu azotowego w mineralizacie rozcieńczonym do 20 cm³, łącznie z dodanym przed mineralizacją, nie przekracza 4 cm³.

Po ponownym odgazowaniu roztworu na łaźni ultradźwiękowej zaleca się jego przechowywanie przez tydzień, aby zminimalizować wpływ tlenków azotu na wynik oznaczania. W celu otrzymania roztworu gotowego do pomiaru, do odpowiedniego naczynia stosowanego do pomiarów w systemie generacji wodorków należy wprowadzić po 3 cm³ roztworu kalibracyjnego i kwasu chlorowodorowego, po czym dokładnie wymieszać. Jeżeli roztwory kalibracyjne przygotowuje się w naczyniu stosowanym do pomiarów, to należy użyć odpowiedniej ilości roztworu wzorcowego i rozcieńczyć go do 3 cm³ zerowym roztworem kompensującym. W przypadku zastosowania zerowego roztworu kompensującego i roztworu próbki konieczne jest wyrównanie objętości użytej próbki do 3 cm³ przez dodanie odpowiedniej ilości zerowego roztworu kompensującego. Rozcieńczanie roztworów próbek można wykonywać przed dodaniem kwasu chlorowodorowego i zerowego roztworu kompensującego, pamiętając jednak o zachowaniu określonych proporcji. Stężenia kwasu i czynnika redukującego powinny być takie same we wszystkich badanych roztworach.

Badania w technice generacji wodorków można prowadzić jedną z trzech odmiennych metod [N1]:

- **z przepływem ciągłym**, w której próbka i odczynniki reagują ze sobą do momentu uzyskania sygnału o wartości niezmiennej w czasie,
- **wsadową** z ręcznym wprowadzaniem próbki do naczynia reakcyjnego i półautomatycznym dozowaniem substancji redukującej oraz niezbędnych gazów nośnych – pojawiający się sygnał jest funkcją czasu,
- **przepływowo-wstrzykową** z dodawaniem próbki do roztworu nośnika zakwaszonego kwasem chlorowodorowym w pętli dozowania próbki o dowolnej objętości, z reakcją z substancją redukującą w układzie mieszania – pojawiający się sygnał jest funkcją czasu.

Należy pamiętać, że w wymienionych metodach różne objętości próbek dają różne granice wykrywalności. Czynnikiem redukującym jest borowodorek sodu używany w wielu różnych stężeniach i ilościach odpowiednich do zastosowanej metody.

Przed badaniami konieczne jest właściwe wyregulowanie aparatu i ustalenie optymalnego harmonogramu pomiarów. Przed pomiarem AAS należy wyzerować przyrząd za pomocą zerowego roztworu kompensującego. Następnie, na podstawie wyników pomiarów absorbancji roztworów kalibracyjnych o różnych stężeniach oznaczanego pierwiastka, należy wykreślić liniową funkcję kalibracji, po czym określić funkcję kalibracji na podstawie par pomiarów. Pomiary należy wykonać bezpośrednio w roztworach próbki. Jeżeli absorbancja przekracza zakres kalibracji, konieczne jest rozcieńczenie próbki przed redukcją. Podczas rozcieńczania trzeba

dopilnować, aby stężenia kwasu były jednakowe we wszystkich badanych roztworach, czyli w zerowym roztworze kompensującym, roztworze kalibracyjnym i próbce. Do pomiarów używa się wyłącznie roztworów po wstępnym przygotowaniu. W seriach pomiarowych o czasach średniej długości powinno się powtarzać kontrolę zera i krzywej kalibracyjnej.

Oznaczanie pierwiastków śladowych sprowadza się do obliczenia zawartości ułamka masowego danego pierwiastka w ze wzoru [N1]

$$w = \frac{a \cdot V \cdot F}{m \cdot 1000}, \text{ mg/kg} \quad (1)$$

gdzie: a – stężenie pierwiastka w roztworze badanym, mg/dm³; V – objętość roztworu uzyskanego po mineralizacji i uzupełnieniu, cm³; F – wskaźnik rozcieńczenia uwzględniający redukcję wstępną oraz dalsze rozcieńczenia dokonywane w przypadku wysokich stężeń pierwiastka; m – masa początkowa próbki, g.

Granica wykrywalności i oznaczalności badanego roztworu zależy od stosowanego systemu generacji wodorków, procedury generacji wodorków oraz od ilości i rodzaju matrycy. Dla różnych artykułów żywnościowych granica oznaczalności zależy od ilości próbki użytej do mineralizacji i końcowej objętości roztworu.

1.2. Oznaczanie ołowiu i kadmu uwalnianego z powierzchni krzemianowych wyrobów ceramicznych przeznaczonych do kontaktu z produktami spożywczymi zgodnie z normą PN-EN 1388-1:2000P [N2] polega na poddaniu tych wyrobów działaniu roztworu kwasu octowego o stężeniu 40 cm³/dm³ przez 24 h w temp. 22°C w celu ekstrakcji ołowiu i/lub kadmu z powierzchni, jeżeli pierwiastki te są obecne w materiale. Ilości uwolnionego ołowiu i kadmu określa się metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej płomieniowej FAAS.

Do wykonania oznaczenia jest potrzebny spektrometr absorpcji atomowej płomieniowej z granicą wykrywalności $\geq 0,1$ mg/dm³ Pb w kwasie octowym o stężeniu 40 cm³/dm³ i 0,01 mg/dm³ Cd, w którym granica wykrywalności jest stężeniem oznaczanego składnika, którego absorbancja jest równa trzykrotnej wartości standardowego odchylenia szumu tła układu; liniowe źródła ołowiu i kadmu; kolby i pipety jednomiarowe; biureta, pokrywy do wyrobów badanych, jak np. płytki i szkiełka zegarkowe; cylindry jednomiarowe z podziałką; listwa metalowa lub inny materiał o prostej krawędzi oraz głębokościomierz lub przymiar wyskalowany w milimetrach, przeznaczony do użycia łącznie z listwą o prostej krawędzi. Do badań należy używać wyłącznie znormalizowanego laboratoryjnego szkła borokrzemianowego. Odczynniki stosowanymi do oznaczania są: kwas octowy lodowy, płyn modelowy używany do ekstrakcji Pb i Cd – roztwór kwasu octowego o stężeniu 40 cm³/dm³, analityczne roztwory podstawowe ołowiu i kadmu (1 g/dm³), analityczne roztwory wzorcowe zawierające znane stężenie oznaczanych metali – ołowiu 0,1 g/dm³ i kadmu 0,01 g/dm³, воск parafinowy, środek myjący i szczeliwo silikonowe.

Próbkę laboratoryjną stanowią cztery podobne, pojedyncze wyroby z tego samego materiału, z taką samą polewą i zdobieniami, o identycznym kształcie i wymiarach. Próbkę należy podzielić na naczynia płaskie i głębokie. W tym celu z grupy identycznych próbek wybiera się jedną, umieszcza ją na poziomej, płaskiej powierzchni i do krawędzi próbki przykładają listwę z prostą krawędzią. W przypadku naczyń z dziubkiem listwę należy przyłożyć w jego najniższym miejscu. Następnie mierzy się odległość h między najniższym punktem wnętrza naczynia a listwą. Wyroby o $h \leq 25$ mm uważa się za naczynia płaskie, a wyroby o $h > 25$ mm uważa się za naczynia głębokie. Aby określić dla naczyń płaskich powierzchnię odniesienia S_R , czyli przeznaczoną do kontaktu z produktami spożywczymi, należy odwrócić próbkę umieścić na papierze milimetrowym i obrysować jej kontur, a następnie obliczyć powierzchnię konturu S_R w decymetrach kwadratowych (dm^2). Powierzchnię S_R wyrobów okrągłych można obliczyć na podstawie ich średnicy. S_R wyrobów nienapełnialnych to nieprzykryta powierzchnia poddawana ekstrakcji. Próbkę należy umyć za pomocą wodnego roztworu środka myjącego o temp. 40°C , dokładnie opłukać je wodą z kranu, po czym wodą destylowaną i pozostawić do wyschnięcia, a następnie wytrzeć bibułą filtracyjną. Próbkę z jakimikolwiek plamami osadu należy odrzucić. Jeżeli powierzchnia danej próbki nie jest przeznaczona do kontaktu z produktami spożywczymi, to po wstępnym umyciu i osuszeniu należy pokryć ją warstwą ochronną odporną na działanie płynu modelowego. Wyroby, które nie mogą być napełnione do 6 mm od punktu przelania, powinny mieć wszystkie powierzchnie z wyłączeniem powierzchni odniesienia pokryte stopionym woskiem parafinowym lub na glazurówą powierzchnię obwodu nałożoną warstwę szczeliwa silikonowego o szerokości 6 mm (trzeba się upewnić, że nie ma w niej przerw oraz że całkowicie przylega do tej powierzchni). Wysokość warstwy szczeliwa wynosząca 4 mm powinna umożliwić wlanie odpowiedniej ilości płynu modelowego. Próbkę należy pozostawić przez noc, aby szczeliwo się utwardziło.

Ekstrakcję do oznaczania wyłącznie ołowiu można wykonywać przy normalnym oświetleniu laboratoryjnym, natomiast ekstrakcję do oznaczania kadmu (oddzielnie lub też łącznie z ołowiem) należy wykonywać w ciemności. Przed badaniem próbkę z płynem modelowym doprowadza się do temp. 22°C .

Podczas ekstrakcji próbki napełniane umieszcza się na płaskiej powierzchni i napełnia płynem modelowym do poziomu nie wyższego niż 1 mm poniżej punktu przelania. W próbkach z brzegiem płaskim lub nachylnym odległość między powierzchnią cieczy a punktem przelewu nie powinna przekraczać 6 mm, mierząc wzdłuż nachylnego brzegu. W przypadku naczyń płaskich należy określić objętość V płynu modelowego po ekstrakcji, przykryć i przechowywać w ciemności do oznaczania kadmu. Próbkę nienapełnialną należy umieścić w odpowiedniej wielkości naczyniu ze szkła borokrzemianowego i zalać całkowicie płynem modelowym. Odnótować objętość V użytego płynu

modelowego (tj. objętość wypełnienia), nakryć naczynie odpowiednią pokrywą i do oznaczania kadmu umieścić w ciemności. Wyrób z glazurówą powierzchnią pokrytą warstwą szczeliwa należy umieścić na płaskiej poziomej powierzchni i za pomocą cylindra dodać płynu modelowego. Odnótować objętość V użytego płynu (tj. objętość kontaktu), nakryć naczynie odpowiednią pokrywą i do oznaczania kadmu umieścić w ciemności. Jeżeli do wyrobu jest przewidziana pokrywa, to bada się także jej wewnętrzną powierzchnię. Badane powierzchnie próbki należy utrzymywać w temp. 22°C przez 24 h, zabezpieczając płyn przed stratami w wyniku odparowania. Próbkę roztworu ekstraktu do analizy należy ujednolicić i przenieść do odpowiedniego naczynia. Analizę roztworu do badań trzeba przeprowadzić możliwie szybko.

Przed badaniami należy wykonać wzorcowanie spektrometru. W tym celu uruchamia się spektrometr płomieniowej absorpcji atomowej, używając fali o długości 217,0 nm do oznaczania ołowiu lub 228,8 nm do oznaczania kadmu, z korektą na wpływ absorpcji tła. Następnie z zestawu roztworów wzorcowych należy zassać zerową próbkę i ustawić zero, po czym zasysać próbki przygotowane przez rozcieńczanie roztworów wzorcowych płynem modelowym. Po każdym roztworze wzorcowym zasysa się płyn modelowy i notuje uzyskane wartości absorpcji.

Podczas oznaczania próbki po uruchomieniu spektrometru należy zassać wodę destylowaną, a następnie płyn modelowy i upewnić się, że absorpcja jest równa zero. Następnie zasysa się roztwory do badań przemienne z płynem modelowym i mierzy wartość absorpcji roztworów do badań. Jeżeli stężenie masowe ołowiu w roztworze do badań wynosi powyżej 10 mg/dm^3 lub stężenie kadmu powyżej $0,5 \text{ mg/dm}^3$, to odpowiednio zmniejszoną porcję roztworu ekstraktu trzeba rozcieńczyć płynem modelowym w celu uzyskania masowego stężenia ołowiu poniżej 10 mg/dm^3 , a kadmu $< 0,5 \text{ mg/dm}^3$, tak aby sygnały znajdowały się w optymalnym zakresie pracy.

W metodzie dwóch wzorców stężenie ołowiu lub kadmu C_0 w roztworze ekstraktu określa się równaniem [N2]:

$$C_0 = \left[\frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1} \cdot (C_2 - C_1) + C_1 \right] \cdot d, \text{ mg/dm}^3 \quad (2)$$

gdzie: A_0 – absorpcja odpowiadająca ilości ołowiu lub kadmu w próbce badanego roztworu; A_1 – absorpcja odpowiadająca ilości ołowiu lub kadmu w roztworze wzorcowym o odpowiednio mniejszym stężeniu; A_2 – absorpcja odpowiadająca ilości ołowiu lub kadmu w roztworze wzorcowym o odpowiednio większym stężeniu; C_1 – stężenie ołowiu lub kadmu w roztworze o odpowiednio mniejszym stężeniu, mg/dm^3 ; C_2 – stężenie ołowiu lub kadmu w roztworze o odpowiednio większym stężeniu, mg/dm^3 ; d – współczynnik, jeżeli roztwór ekstraktu podlegał rozcieńczeniu.

W metodzie krzywej analitycznej stężenie ołowiu lub kadmu w mg/dm^3 roztworu pomiarowego należy odczytać bezpośrednio z krzywej wzorcowania.

Ilość uwolnionego ołowiu lub kadmu z jednostki

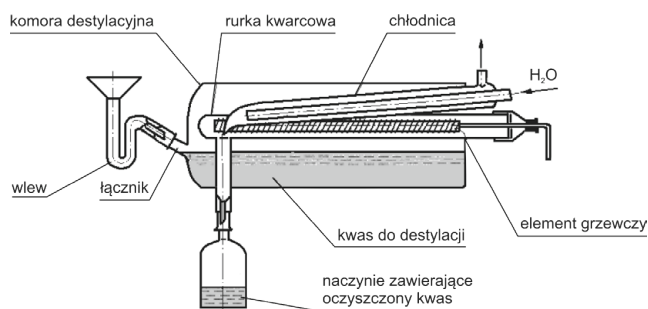
powierzchni naczyń płaskich i wyrobów nienapełnialnych R_0 jest określona równaniem [N2]:

$$R_0 = \frac{C_0 \cdot V}{S_R}, \text{ mg/dm}^2 \quad (3)$$

gdzie: C_0 – stężenie ołowiu lub kadmu w roztworze ekstraktu, mg/dm^3 ; V – objętość płynu modelowego użytego do ekstrakcji, dm^3 ; S_R – powierzchnia odniesienia wyrobu, dm^2 .

Ilość uwalnianego ołowiu lub kadmu z naczyń z pokrywami oblicza się oddzielnie dla pojemnika i dla całkowitej wewnętrznej powierzchni pokrywy i wyraża w odniesieniu do pojemnika i do pokrywy. Obydwie wartości należy dodać, a suma powinna być odniesiona, w zależności od rozpatrywanego przypadku, do powierzchni (mg/dm^2) lub do objętości samego pojemnika (mg/dm^3).

1.3. Oznaczanie pierwiastków śladowych w artykułach żywnościowych metodą mineralizacji ciśnieniowej zgodnie z normą PN-EN 13805:2014-11E [N3] polega na mineralizowaniu próbki przy wykorzystaniu kwasu azotowego, czasem z dodatkami innych kwasów, w wysokich temperaturach i pod wysokim ciśnieniem w szczelnym naczyniu. Do mineralizacji stosuje się ogrzewanie konwencjonalne lub wspomagane mikrofalami. Mineralizacja ciśnieniowa jest fizykochemiczną metodą zmineralizowania próbek materiału w celu przygotowania roztworu badanego z oznaczonymi pierwiastkami śladowymi. Odczynniki stosowane do wykonania mineralizacji to: kwas azotowy, kwas chlorowodorowy, kwas fluorowodorowy i nadtlenek wodoru. Stężenie pierwiastków śladowych w używanych odczynnikach i wodzie musi być na tyle niskie, aby nie wpływało na wyniki oznaczania. Powierzchnię aparatury do mineralizacji stykającą się z próbką należy starannie oczyścić za pomocą rozcieńczonego kwasu azotowego, a następnie wody. Zestaw aparaturowy może zostać użyty do oczyszczenia naczyń i kolb. Do mineralizacji stosuje się poniżej opisaną aparaturę i wyposażenie. Aparat do mineralizacji ciśnieniowej – bezpieczne naczynie ciśnieniowe z materiału odpornego na kwasy, wytrzymujące temperaturę co najmniej 180°C , z pojemnikami na próbki. Może to być aparat z ogrzewaniem konwencjonalnym z zewnętrznym autoklawem pracującym pod różnymi ciśnieniami lub bez niego. Dla jego zabezpieczenia używa się wkładek z politetrafluoroetylenem PTFE, perfluoroalkoxyłu PFA, perfluoroetylenopropylenu FEP lub ze szkła kwarcowego. Stosowanie szkła kwarcowego jest korzystne do oznaczania rtęci i pierwiastków śladowych łatwo adsorbowanych na chropowatych powierzchniach oraz gdy temperatura mineralizacji przekracza 230°C . Innym rozwiązaniem może być aparat do mineralizacji ciśnieniowej z ogrzewaniem wspomaganym mikrofalami wyposażony w miernik temperatury roztworu mineralizacji, najlepiej z czujnikiem umieszczonym w naczyniu ciśnieniowym. Używa się w nim wkładek z tworzywa sztucznego fluorowego, jak PTFE, PFA lub zmodyfikowanego perfluoropropylowinyloeteru PTFE, albo ze szkła kwarcowego. W aparatach do wysokociśnieniowej mineralizacji z autoklawem



↑ Rys. 2. Schemat kwarcowej aparatury destylacyjnej [N3]

na naczynia do mineralizacji działa ciśnienie co najmniej 40 bar. Ponadto do mineralizacji jest stosowana łaźnia ultradźwiękowa z urządzeniem grzewczym, aparat do destylacji ze szkła kwarcowego lub z fluorowych polimerów o wysokiej czystości (rys. 2) i aparat do mycia naczyń szklanych gorącą parą kwasów przedstawiony schematycznie w [N3].

Należy pamiętać, że podczas mineralizacji materiałów bogatych w węgiel, jak np.: celuloza, węglowodany, tłuszcze i oleje, może nastąpić wybuch.

Próbki należy przygotować w taki sposób jak artykuły żywnościowe w warunkach domowych. Masę próbki należy dostosować do pojemności naczynia do mineralizacji i do maksymalnego dopuszczalnego wzrostu ciśnienia. Maksymalna masa zależy od zawartości węgla i wody w próbce. Próbki do mineralizacji bogate w węgiel, jak: artykuły żywnościowe bogate w tłuszcze i węglowodany, mogą mieć maksymalnie 200 mg świeżej masy. Z próbek zawierających alkohol po wprowadzeniu do naczynia do mineralizacji koniecznie trzeba całkowicie go usunąć.

Podczas mineralizacji ciśnieniowej nie powinno się stosować kwasu nadchlorowego. Objętość kwasu azotowego wymagana do mineralizacji zależy od charakteru próbki materiału – zwykle wystarcza 3 cm^3 . Systemy z ogrzewaniem wspomaganym mikrofalami zazwyczaj wymagają większych ilości kwasu. Zwiększenie ilości kwasu i redukcja masy mogą być konieczne dla próbek bogatych w węgiel. Po dodaniu kwasu próbkę należy dokładnie wymieszać. Aby uniknąć adhezji próbek do ścian naczynia do mineralizacji i osiągnąć całkowite wymieszanie próbki, można dodać $0,5\text{--}1 \text{ cm}^3$ nadtlenku wodoru. Przed zamknięciem naczyń próbkę należy pokryć kwasem. Najczęściej stosuje się naczynia kwarcowe, ale mineralizacja niektórych artykułów żywnościowych może wymagać dodania kwasu fluorowodorowego, a wtedy należy używać jedynie wstawki z tworzywa sztucznego fluorowego, gdyż szkło kwarcowe zostanie nieodwracalnie zniszczone.

Temperatura mineralizacji próbek wynosi co najmniej 180°C . Wyższe temperatury wpływają na obniżenie zawartości resztkowego węgla w roztworach do mineralizacji, obniżając tym samym poziom tła w pomiarach ET-AAS i ICP-OES. Podwyższenie temperatury na ogół wpływa na poprawę jakości mineralizacji. Jeżeli w artykułach żywnościowych są organiczne związki arsenu oraz oznaczanie arsenu następuje z użyciem wodorków AAS, konieczne może być

zastosowanie temperatury 320°C. Podczas oznaczania selenu z użyciem wodorków AAS maksymalna temperatura mineralizacji może wynosić 280°C.

Typowy czas mineralizacji ciśnieniowej z ogrzewaniem konwencjonalnym po osiągnięciu końcowej temperatury wynosi co najmniej 1,5 h, a w systemach mikrofalowych – co najmniej 20 min.

W celu zredukowania ciśnienia w naczyniu po mineralizacji należy schłodzić zamknięte jeszcze naczynie do temperatury poniżej 40°C. Schłodzone i otwarte naczynie do mineralizacji powinno być początkowo umieszczone pod wyciągiem do zaniku widocznych brązowych oparów. Zaleca się odgazowanie zmineralizowanego roztworu w łaźni ultradźwiękowej. Roztwór po mineralizacji powinien być klarowny, a jego objętość powinna być w przybliżeniu taka sama jak przed mineralizacją. W przypadku zmniejszenia objętości mineralizację należy powtórzyć.

Roztwór badany należy dopełnić do określonej objętości wodą i przenieść do naczynia ze szkła kwarcowego lub z odpowiedniego tworzywa. Kolor żółty roztworu

po mineralizacji wskazuje na niekompletne zmineralizowanie substancji organicznych. W celu sprawdzenia analizy równoległe z badaniem próbek należy wykonać badanie próbek odniesienia o znanych zawartościach badanych pierwiastków, stosując wszystkie etapy badania, począwszy od mineralizacji. Ponadto należy wykonać mineralizację próby ślepej. Przykłady mineralizacji artykułów żywnościowych ze spożyciem pod wysokim ciśnieniem, mineralizacji mikrofalowej i mineralizacji z autoklawem ogrzewanym mikrofalami przedstawiono w [N3].

1.4. Oznaczanie pozostałości pestycydów w żywności pochodzenia roślinnego z zastosowaniem techniki LC-MS/MS, ekstrakcji metanolem i oczyszczania z ziemią okrzemkową zgodnie z normą PN-EN 15637:2008E [N4] polega na wyznaczeniu ilości pestycydów w roślinnych produktach spożywczych i przetworach metodą chromatografii cieczowej z detekcją za pomocą tandemowej spektrometrii masowej, z zastosowaniem jonizacji przez elektrozpylanie. Oznaczenie to ma na celu określenie skutków zdrowotnych po potencjalnym spożyciu pestycydów obecnych w: owocach, warzywach, płatkach owsianych, orzechach oraz produktach przetworzonych, w tym suszonych owocach. Do badania należy użyć następującej aparatury badawczej: homogenizatora lub miksera wysokoobrotowego, wagi laboratoryjnej, łaźni ultradźwiękowej, wirówki laboratoryjnej i spektrometru typu LC-MS/MS. Ponadto należy zastosować następujące odczynniki: mrówczan amonu, chlorek sodu, wodę, dichlometan, do analizy pozostałości, metanol, roztwór wzorcowy wewnętrzny (ISTD), roztwory w metanolu, $\rho = 10\text{--}50\text{ }\mu\text{g}/\text{cm}^3$. Potencjalne roztwory wzorcowe wewnętrzne możliwe do użycia w tej metodzie przedstawiono w tabeli 1

Stężenia te odnoszą się do roztworów ISTD, które należy dodać w pierwszym etapie ekstrakcji i do roztworów standardowych. Przed wykonaniem oznaczenia należy w czystym rozpuszczalniku sporządzić roztwory ISTD, mieszając pewną

↓ **Tabela 1.** Potencjalne roztwory wzorcowe wewnętrzne do kontroli płynów [N4]

Nazwa związku	Współczynnik podziału oktanol-woda	Atomy chloru	Stężenie CISTD, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$
Fosforan trifenyłowy	4,59	–	20
Trifosforan	3,65	6	50
Mocznik bis-nitrofenylowy	3,76	–	10

objętość metanolu ze znanymi ilościami mieszanin pestycydów. Aby pokryć szeroki zakres stężeń podczas wykonywania badania konieczne jest wytworzenie większej liczby standardów o różnym stężeniu pestycydów. Standardy C_{ISTD}^{sample} oblicza się ze wzoru [N4]:

$$C_{ISTD}^{sample} = \frac{V_{ISTD} \cdot C_{ISTD} \cdot (V_2 - V_1) \cdot V_3}{V_2 \cdot V_{ex} \cdot V_{end}} \quad (4)$$

gdzie: V_{ISTD} – objętość wewnętrznego roztworu wzorcowego dodanego do porcji badania, cm^3 ; C_{ISTD} – stężenie wewnętrznego roztworu wzorcowego; V_1 – objętość NaCl roztworu, cm^3 ; V_2 – pojemność kolby miarowej, cm^3 ; V_3 – objętość stosowana do stałej ekstrakcji cieczy na ciecz wspomaganą, cm^3 ; V_{ex} – całkowita objętość rozpuszczalników ekstrakcyjnych i wody, cm^3 ; V_{end} – końcowa objętość roztworu uzyskanego po oczyszczeniu, cm^3 .

W przypadku przygotowywania roztworów standardowych w pustych ekstraktach matrycowych należy przygotować wzorce tak samo jak standardowe rozpuszczalniki, z tą różnicą, że zamiast czystego metanolu należy użyć ekstraktów z pustych próbek. Aby zminimalizować błędy spowodowane efektami wywołanymi matrycą podczas chromatografii, należy wybrać podobne towary, jak: jabłka do próbek jabłek, gruszki do prób gruszek itp. Próbkę do badań przed ich homogenizacją należy zmiksować i zamrożone przechowywać nie dłużej niż 3 dni w temp. -18°C . Całkowicie lub znacznie zepsute próbki należy odrzucić. Wyjątkiem mogą być próbki suszone, których termin przechowywania nie może przekraczać terminu ich ważności podanego przez producenta.

Próbki do badań powinny być przygotowane tak, aby reprezentowały najbardziej zróżnicowane części rośliny. Małe rośliny typu groszek, truskawki, należy całkowicie zmiksować przed odważaniem, a z roślin dużych, jak arbuzy, dynie, należy wyciąć fragmenty zawierające najbardziej zróżnicowane części roślin. Te części roślin, które sprawiają trudność w trakcie ich homogenizacji należy wykluczyć z badania. Przed homogenizacją z większych owoców należy usunąć pestki i rozdrobnić je, w wyniku uwzględniając oznaczanie masy owoców bez masy pestek.

Rozdrabnianie w stanie zamrożonym może znacząco zmniejszyć straty chemicznie nietrwałych próbek, a ponadto zwykle skutkuje mniejszymi rozmiarami cząstek, a przez to wyższym stopniem jednorodności. Cięcie próbek i umieszczanie ich przed rozdrabnianiem w zamrażarce ułatwia przetwarzanie, które dodatkowo można wspomagać i ulepszać przez mielenie kriogeniczne w temp. poniżej 0°C . W przypadku

owoców i warzyw o twardej skórce mielenie kriogeniczne jest o wiele skuteczniejsze niż mielenie w temperaturze otoczenia. Ponieważ niesystemowe pestycydy często występują głównie na skórce, mielenie kriogeniczne znacznie poprawia powtarzalność wyników.

W celu wykonania badania do wirówki laboratoryjnej należy przenieść 10 g próbek mokrych lub 5 g suchych, uzupełnić wodą do 10 cm³ i odczekać 10 min. Następnie należy dodać 20 cm³ metanolu i homogenizować przez 2 minuty, po czym do kolby odmierzyć 10 cm³ otrzymanej próbki, dodać roztworu NaCl, uzupełnić płynem znad odwirowanego osadu i wirować przy 3000 g. Następnie do tubki filtrującej z ziemią okrzemkową należy dodać 5 cm³ mieszanki NaCl z odwirowaną cieczą i po 5 min przepłukać ją dichlorometanem, po czym za pomocą sprzętu do odparowywania cieczy – ewaporatora – zredukować do sucha powstały roztwór, a jego resztę wysuszyć strumieniem azotu. Kolejno dodać 500 mm³ metanolu, całość zważyć i delikatnie wymieszać w łaźni ultradźwiękowej, unikając strat metanolu, po czym całość roztworu przefiltrować do szklanej fiolki na próbki do wstrzykiwań.

Roztwory próbne do badań i roztwory kalibracyjne należy wstrzykiwać w odpowiedniej kolejności do przyrządu LC-MS/MS. W igle iniektora przyrządu badany próbny roztwór należy rozcieńczyć eluentem, ustawić go w wybranym trybie monitorowania retencji dla badanych pestycydów i po przygotowaniu odczynników przeprowadzić próby odzysku na poziomach odpowiednich do maksymalnego poziomu pozostałości. Chromatogram przy czasie retencji analizy nie powinien wykazywać żadnego istotnego pików. Wyniki oznaczenia uzyskuje się z porównania czasów retencji próbki roztworu badanego z czasami retencji roztworów kalibracyjnych. W przypadku różnicy wysokości wierzchołków obu roztworów o ponad 20% od oczekiwanego współczynnika retencji, należy użyć roztworów wzorcowych o innym stężeniu, aż ta różnica wyniesie poniżej 20%. Używając standardowych roztworów lub wzorców dopasowanych do matrycy, należy sprawdzić liniowość i określić funkcję kalibracji dla każdej substancji czynnej, wykreślając obszary pików, wysokości lub wartości szczytowych stężenia analitów w roztworach wzorcowych.

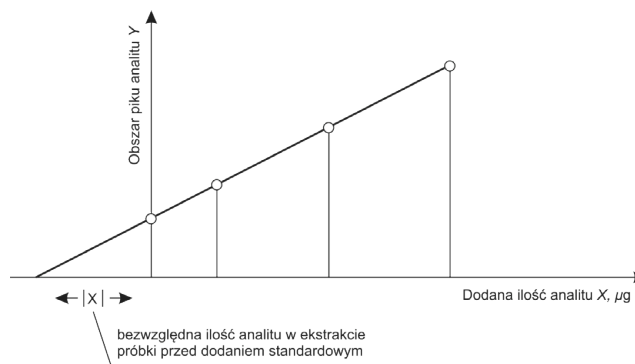
Do pierwszego oszacowania ilości pestycydów na poziomie pozostałości w żywności lub do wykazania ich braku należy użyć standardowych roztworów w czystym metanolu. Po wykryciu wyraźnych stężeń pozostałości należy wykonać precyzyjne ich określanie przy użyciu dopasowanych do matrycy roztworów standardowych typu ISTD. Jeżeli do obliczenia stężenia pozostałości nie stosuje się standardowej metody dodawania, zawartość pestycydu w produkcie żywnościowym na poziomie W_R pozostałości oblicza się z uzyskanej powierzchni pików, stosując równanie [N4]:

$$W_R = \frac{A-c}{b} \cdot \frac{V_{ex}}{m_a} \cdot \frac{V_{end} \cdot V_2}{(V_2 \cdot V_1) \cdot V_3} \cdot 1000, \text{ mg/kg} \quad (5)$$

gdzie: A – wysokość wierzchołka; c – przerwa w odpowiadającym wykresie kalibracyjnym; b – nachylenie odpowiadającego wykresu kalibracyjnego, cm³/ng; V_{ex} – objętość całkowita

↓ **Tabela 2.** Przykładowy schemat pipetowania stosowany dla standardowego dodawania wzorców do próbki o objętości ekstraktu $V_{aliquot} = 100 \text{ mm}^3$ [N4]

Wzbogacenie	Fiolka 1	Fiolka 2	Fiolka 3	Fiolka 4
Objętość roztworu wzorcowego analitu, mm ³ (20 µg/cm ³)	0	5	10	15
Wynikowa masa dodanego analitu, µg	0	0,1	0,2	0,3
Objętość rozpuszczalnika, mm ³	15	10	5	0
Końcowa objętość, mm ³	115	115	115	115



↑ **Rys. 3.** Przykładowa graficzna kalibracja wyznaczenia ilości analitu stosowana w procedurze standardowego dodawania wzorców [N4]

roztworu ekstrakcyjnego, cm³; m_a – wyjściowa masa próbki, g; V_1 – objętość roztworu NaCl, cm³; V_2 – objętość mieszanki NaCl z roztworem znad osadu, cm³; V_3 – objętość roztworu wprowadzonego do filtra z ziemią okrzemkową, cm³; V_{end} – objętość końcowa po oczyszczeniu próbki, cm³; 1000 – współczynnik konwersji.

Jeżeli wyniki wskazują na ilość pozostałości bliską lub przekraczającą maksymalny ich poziom, należy przeanalizować co najmniej jedną dodatkową część próbki. W przypadku podejrzenia wystąpienia pozostałości naruszających lub związków silnie uzależnionych od zjawiska wzmocnienia lub supresji wywołanego przez matrycę, zaleca się procedurę dodawania wzorca, pod warunkiem liniowej zależności zakresu odpowiedzi i zakresu stężeń. W tym przypadku kilka porcji końcowego ekstraktu próbki należy wzmocnić rosnącymi znanymi ilościami analitu, co wymaga znajomości przybliżonego poziomu pozostałości W_R wyznaczonego ze wzoru (3). Zakładając, że próbka ma szacowany poziom pozostałości $W_R = 0,8 \text{ mg/kg}$, można zastosować przykładowy schemat pipetowania przedstawiony w tabeli 2, w którym ilość analitu w analizowanej próbce wyznacza się graficznie (rys. 3.).

Jeżeli do obliczeń stosuje się standardową metodę dodawania, poziom pozostałości W_R pestycydu w próbce wyjściowej oblicza się z uzyskanej powierzchni pików stosując równanie [N4]:

$$W_R = \frac{c}{b} \cdot \frac{V_{ex}}{m_a} \cdot \frac{V_{end} \cdot V_2}{(V_2 \cdot V_1) \cdot V_3 \cdot V_{aliquot}}, \text{ mg/kg} \quad (6)$$

gdzie: c – punkt przecięcia osi Y z krzywą kalibracji analizowanego analitu; b – nachylenie wykresu kalibracji analitu;

V_{ex} – całkowita objętość rozpuszczalników do ekstrakcji i naturalnej wody; m_a – początkowa masa próbki, g; V_1 – objętość roztworu NaCl, cm^3 ; V_2 – pojemność kolby miarowej, cm^3 ; V_3 – objętość stosowana do stałej ekstrakcji cieczy na ciecz wspomagana, cm^3 ; V_{end} – końcowa objętość roztworu uzyskanego po oczyszczeniu, cm^3 ; V_{aliq} – końcowa objętość próbki ekstraktu otrzymanego po oczyszczeniu, cm^3 .

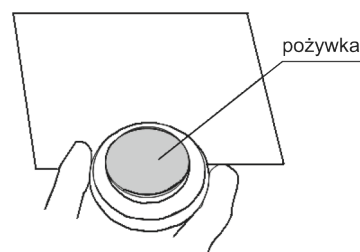
Potwierdzenie wykonania oznaczenia obejmuje analizę drugiej porcji próbki. Należy ją wykonać, jeżeli analiza wskazuje na podejrzenie lotnych pozostałości.

1.5. Oznaczenie zanieczyszczenia mikrobiologicznego powierzchni stykających się z mięsem metodą odcisków agarowych zgodnie z normą PN-A-82055-19:2000P [N5] polega na pobraniu próbki i jednoczesnym wykonaniu posiewu przez przyłożenie pożywki agarowej do badanej powierzchni oraz obliczeniu kolonii lub oszacowaniu liczby drobnoustrojów za pomocą ich porównania ze wzorcem.

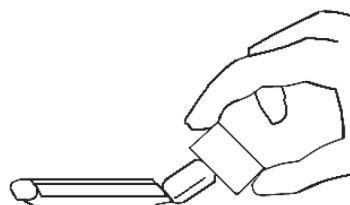
Do badania oprócz typowego sprzętu laboratoryjnego należy użyć płytek odciskowych typu RODAC Ø25–65 mm z tworzywa sztucznego, testów kontaktowych typu „Dipslide” w postaci prostokątnych płytek z tworzywa sztucznego o powierzchni 7–8 cm^2 , pokrytych jedno- lub obustronnie cienką warstwą pożywki agarowej, umieszczonych w sterylnej fiolce. Do handlowych płytek czy testów potrzebne są jedynie ciepłarki i urządzenie do inaktywacji wyhodowanych drobnoustrojów, tj. autoklaw lub urządzenie spalające. Jeżeli nie można zastosować metody termicznej, to dopuszcza się metodę chemiczną – moczenie płytek RODAC lub fiolek i testów kontaktowych typu „Dipslide” w roztworze podchlorynu sodu lub w innym środku dezynfekującym. Czynności te przeprowadza się w bardzo dobrze wentylowanym pomieszczeniu, aby chronić drogi oddechowe przed mogącym się wydzielać toksycznym gazem.

Testy handlowe należy wykonywać zgodnie z zaleceniami producenta. Do oznaczania liczby drobnoustrojów należy stosować stałe pożywki, a do określenia ogólnej liczby drobnoustrojów na powierzchni zdezynfekowanej – jedną z dwóch pożywek z neutralizatorem przygotowaną wg procedury podanej w [N5].

Do wykonania posiewu należy przygotować płytki odciskowe typu RODAC lub zastosować gotowe płytki z pożywkami. W tym celu pożywki należy upłynnić za pomocą ogrzewania i po starannym wymieszaniu rozlać je do płytek tak, aby powierzchnia agaru tworzyła menisk wypukły. Płytki suszy się w temp. 50°C przez 30 min, po czym przechowuje w temp. 0–5°C przez 7 dni. Po tym czasie przy użyciu aplikatora należy pobierać odciski, przyciskając pożywki agarowe do powierzchni przez 10 s, bez obracania płytki. Po zamknięciu płytki obraca się wieczkiem do dołu, oczyszcza miejsce przyłożenia płytki z resztek pożywki agarowej i inkubuje płytki w warunkach określonych w normie przedmiotowej. Wynikiem pomiaru jest liczba kolonii na 1 cm^2 , 100 cm^2 lub na całej powierzchni płytki. Schemat pobierania odcisku za pomocą płytki typu RODAC przedstawiono na rys. 4.



← **Rys. 4.** Pobieranie odcisku za pomocą płytki typu RODAC [N5]



← **Rys. 5.** Pobieranie odcisku za pomocą testera typu „Dipslide” [N5]

Jeżeli odciski pobiera się za pomocą testera typu „Dipslide”, którego schemat przedstawiono na rys. 5, należy po chwyceniu zakrętki wyjąć z fiolki płytkę pokrytą pożywką, przyłożyć ją do badanej powierzchni i silnie docisnąć przez kilka sekund.

Płytkę musi dokładnie przylegać do powierzchni oraz pozostać bez ruchu. Identycznie pobiera się odcisk drugą stroną płytki z innego miejsca tej samej powierzchni lub z innej powierzchni. Następnie należy włożyć płytkę do fiolki, oczyścić miejsce przyłożenia płytki z resztek pożywki agarowej i inkubować płytki według zaleceń producenta.

Wynikiem pomiaru jest policzona lub oszacowana przez porównanie z wzorcem liczba kolonii drobnoustrojów na 1 cm^2 lub na całej powierzchni płytki. Liczby drobnoustrojów można przedstawić w postaci tzw. wskaźnika mikrobiologicznego wyrażonego liczbą i odpowiadającą jej oceną w postaci opisu. Różne wskaźniki i oceny zależą od badanej powierzchni i strefy zakładu, w której ta powierzchnia się znajduje. Do testów odciskowych zaleca się wykonanie badań porównawczych metodą wymazów. Liczba drobnoustrojów oznaczana metodą odcisków agarowych jest zwykle niższa od liczby drobnoustrojów oznaczanej metodą wymazów. W związku z tym dla testów odciskowych przyjmuje się ostrzejsze kryteria określania liczby drobnoustrojów na 1 cm^2 odpowiadającej poszczególnym wskaźnikom czystości.

1.6. Oznaczenie zanieczyszczenia mikrobiologicznego powierzchni stykających się z mięsem metodą wymazów

zgodnie z normą PN-A-82055-19:2000P [N6] polega na określeniu obecności drobnoustrojów chorobotwórczych na powierzchni sprzętów, maszyn i urządzeń, pomieszczeń produkcyjnych, materiałów pomocniczych, opakowań i rąk pracowników w postaci wskaźnika liczbowego. Jest to metoda referencyjna stosowana do oznaczenia przed rozpoczęciem produkcji w ramach kontroli higieniczno-sanitarnej zakładu oraz w czasie procesu produkcyjnego do oceny skuteczności środków myjąco-dezynfekcyjnych. Ocenę taką należy wykonywać w przedziale 2–4 h od zakończenia wykonywania zabiegów myjąco-dezynfekcyjnych.

Do badania używa się: tamponów złożonych z gazy o wymiarach 4×15 cm lub waty o wymiarach 3×6 cm i masie 0,15 g, wymazówki w postaci pałeczki $\varnothing 3$ mm z watą, gąbki o powierzchni 20–50 cm², szablonu ramki w kształcie kwadratu lub prostokąta o wymiarach 5×5 cm, 10×10 cm, 5×10 cm, próbek, woreczków polietylenowych, rękawiczek, pojemników na próbki, pincety, narzędzia tnącego, płynów do płukania, rozcieńczeń i neutralizatora oraz pożywek określonych w [N5].

Badanie metodą wymazów obejmuje następujące etapy: 1 – ścieranie powierzchni ograniczonej lub całej powierzchni za pomocą tamponów, wymazówki lub gąbki, zwilżonych w płynie do rozcieńczeń, 2 – wypłukanie tamponów, wymazówki lub gąbki, 3 – wykonanie rozcieńczeń, 4 – wykonanie posiewu na wybrane pożywki, 5 – inkubacja, 6 – dalsze działania stosownie do metody oznaczania, 7 – podanie liczby drobnoustrojów lub stwierdzenie ich obecności na określonej powierzchni przedmiotu.

Przed wykonaniem oznaczenia należy przygotować sprzęt i płyn do pobierania wymazów. W tym celu na każde miejsce pobrania wymazu należy przeznaczyć 20 cm³ płynu do płukania oraz dwa tampony lub jedną gąbkę. Jeżeli w dole kolby lub próbki z neutralizatora wydzieli się ciemna lecytyna, to przed użyciem należy go podgrzać i starannie wymieszać. Do pobrania wymazów z powierzchni ograniczonej za pomocą szablonu należy przygotować próbki z 20 cm³ płynu do płukania lub wlać do woreczków odpowiednią ilość płynu – po 20 cm³ na dwa tampony. Liczba tamponów zależy od liczby miejsc, z których będzie pobierany wymaz. Sterylny tampon należy chwycić pincetą i zwilżyć płynem do płukania, odcisnąć jego nadmiar o ściankę, przyłożyć szablon do powierzchni np. 5×10 cm. Wilgotnym tamponem ścierać ograniczoną szablonem powierzchnię, przesuwając tampon 5-krotnie równolegle do dłuższego boku szablonu, a następnie w kierunku prostopadłym do tego boku 10-krotnie. Liczba przesunięć zmienia się w zależności od wymiarów szablonu. Podczas pobierania wymazu należy tampon obracać silnie dociskając, by wykorzystać całą jego powierzchnię. Następnie włożyć go do próbki lub woreczka z płynem i mieszać przez 5 s. Suchym tamponem trzymany sterylą pincetą w taki sam sposób ponownie przetrzeć powierzchnię, po czym włożyć do próbki z płynem, w której umieszczono pierwszy tampon i mieszać przez 5 s. Do badania dużych powierzchni należy pobrać wymazy z dwóch do pięciu miejsc o powierzchniach 25 cm², 50 cm² lub 100 cm² i wszystkie tampony włożyć do jednego woreczka z płynem. Wymazy z powierzchni nieograniczonej szablonem, z drobnego sprzętu czy trudno dostępnych miejsc należy pobierać przez starcie całej powierzchni stykającej się z przetwarzaną żywnością za pomocą tamponu, wymazówki lub gąbki, sięgając na głębokość do 10 cm, po czym umieścić je w pojemniku z 20 cm³ płynu do płukania. Pobrane wymazy należy przekazać do laboratorium i zbadać w ciągu 2 h od chwili pobrania, a w szczególnych przypadkach jest dopuszczalne przechowywanie wymazów do 4 h w temp. 0–5°C. Następnie należy wykonać posiewy zawiesiny wyjściowej na pożywki

w zależności od rodzaju drobnoustrojów, drożdży i pleśni oraz od tego, czy badanie ma tylko wykazać ich obecność na badanej powierzchni. Liczbę drobnoustrojów L na 1 cm² powierzchni ograniczonej szablonem oblicza się ze wzoru [N6]:

$$L = \frac{a \cdot b}{c} \quad (7)$$

gdzie: a – liczba drobnoustrojów w 1 cm³ zawiesiny wyjściowej (popłuczyn), b – objętość zawiesiny wyjściowej, cm³, c – wielkość badanej powierzchni, cm².

Liczbę drobnoustrojów L_1 na całej badanej powierzchni nieograniczonej szablonem i na powierzchni dłoni oblicza się ze wzoru [N6]:

$$L_1 = a \cdot b \quad (8)$$

Wynikiem oznaczenia jest liczba lub obecność bądź nieobecność drobnoustrojów np. na 1 cm² lub w określonej objętości zawiesiny wyjściowej (popłuczyn).

1.7. Oznaczanie zawartości kadmu i ołowiu w papierze i tekturze przeznaczonych do kontaktu z żywnością zgodnie z normą PN-EN 12498:2006P [N7] polega na sporządzeniu z papieru lub tektury wyciągu wodnego na zimno lub na gorąco i po jego utrwaleniu dodatkiem kwasu azotowego oraz wymieszaniu, pobraniu próbki do analizy za pomocą absorpcyjnej spektrometrii atomowej AAS z zastosowaniem pieca grafitowego lub spektroskopii emisyjnej z plazmą indukcyjnie sprzężoną ICP. Metoda jest przeznaczona do analizy papierów i tektur, w których zawartość wyekstrahowanego metalu przekracza 0,1 mg/kg dla kadmu i 0,6 mg/kg dla ołowiu.

Do wykonania oznaczenia potrzebne są: kolby miarowe, waga analityczna, mikropipety oraz spektrometr absorpcji atomowej z piecem grafitowym i korekcją tła. Odczynnikami niezbędnymi do oznaczenia są: kwas azotowy, kwas chlorowodorowy, stężone roztwory kadmu i ołowiu oraz modyfikatory matrycy – roztwory diwodorofosforanu amonu, palladu i magnezu. Ponadto stosuje się gazy do spektrometru: azot i argon.

Do wykonania badania z papieru lub tektury należy sporządzić wyciąg wodny na zimno metodą opisaną w PN-EN 645:1998P [N8] lub na gorąco metodą opisaną w PN-EN 647:1998P [N9]. Do przygotowania wyciągu wodnego należy podrzeć lub pociąć papier na kawałki o wielkości 1–2 cm² (czynność tę należy wykonać w rękawicach). Odważyć 10 g rozdrobnionego papieru, zalać 200 cm³ wody i próbkę zamknąć. W metodzie przygotowywania wyciągu wodnego na zimno ekstrakcję wykonuje się wodą destylowaną lub równorzędną o temp. 23°C przez 24 h i od czasu do czasu wstrząsa. Po ekstrakcji płyn trzeba zdekantować lub, gdy będzie taka potrzeba, przefiltrować i wlać do kolby, po czym ekstrakt lub filtrat dopełnić wodą do 250 cm³. Płyn taki można stosować do oznaczania. Wyciąg wodny na gorąco

wykonuje się podobnie, ale papier zalewa się wodą o temp. 80°C, po wymaganym czasie roztwór chłodzi się do 23°C i dalej postępuje tak, jak w metodzie wyciągu wodnego na zimno. Uzyskany wyciąg utrzuwa się dodając 1 cm³ kwasu azotowego na 100 cm³ próbki ogólnej. Po dobrym wymieszaniu wyciągu wodnego z kwasem należy pobrać odpowiednią porcję do analizy. W zależności od konkretnego rodzaju przyrządu zastosowanego do analizy i analitycznego charakteru matrycy wyciągu, należy zastosować odpowiedni modyfikator matrycy. Roztwory wzorcowe przygotowuje się w dniu oznaczania przez rozcieńczenie roztworów jednopierwiastkowych kwasem azotowym, dobierając stężenie w zależności od zastosowanego przyrządu i przewidywanych stężeń pierwiastków w wyciągu. Zazwyczaj odpowiedni jest roztwór odniesienia o zawartości ołowiu 10 µg/dm³, a kadmu 1,0 µg/dm³. Ślepą próbkę kalibracyjną przygotowuje się identycznie, ale bez stężonego roztworu metalu.

W celu wykonania oznaczenia sporządza się dwa równoległe wyciągi, wykonując z każdego co najmniej dwa równoległe oznaczenia. Stężenie pierwiastka oznacza się pośrednio z krzywej kalibracyjnej lub alternatywnie z zastosowaniem metody dodatku wzorca. Krzywa kalibracyjna powinna zawierać co najmniej trzy punkty i obejmować cały zakres mierzonych stężeń. Stężenie pierwiastka należy obliczyć na podstawie zmierzonej absorpcji. Spektrometr najlepiej nastawić dla kadmu na 228,8 nm, a dla ołowiu – na 217,0 nm lub na preferowane 283,3 nm. W celu wyznaczenia wartości ślepej próby odejmowanej od wartości uzyskanej dla wyciągu, należy uwzględnić w oznaczeniu wodę i odczynniki zastosowane do sporządzenia wyciągu. Wyniki można obliczyć przy użyciu komputera bądź graficznie, uwzględniając wyznaczoną wartość ślepej próby. Zawartość rozpuszczonego w próbce kadmu lub ołowiu wyraża się wzorami [N7]:

$$C_m = C \cdot V_0 \cdot \frac{1}{G} \cdot \frac{100}{100 - f} \cdot \frac{1}{1000}, \text{ mg/kg papieru} \quad (9)$$

$$C_s = \frac{C}{1000} \cdot \frac{V_0}{1000} \cdot \frac{1}{G} \cdot \frac{b}{100}, \text{ mg/dm}^2 \text{ papieru} \quad (10)$$

gdzie: C – stężenie kadmu lub ołowiu odczytane z krzywej kalibracyjnej, µg/dm³; V_0 – całkowita objętość wyciągu wodnego, cm³; b – gramatura, g/m²; f – zawartość wilgoci w próbce, %; G – masa próbki pobranej w takich samych warunkach jak do oznaczenia gramatury, g.

Na podstawie dostępnych danych można obliczyć zawartość wyekstrahowanego kadmu i ołowiu w papierze lub tekturze dla masy handlowej. Aby uniknąć różnych błędów przy oznaczeniu śladowych zawartości pierwiastków, zaleca się wykonanie oznaczenia dla wzorcowych materiałów odniesienia w celu sprawdzenia systemu badawczego.

1.8. Oznaczanie zawartości w artykułach żywnościowych pochodzenia morskiego i roślinnego arsenu nieorganicznego metodą anionowymiennej HPLC-ICP-MS zgodnie z normą PN-EN 16802:2016E [N10] polega na poddaniu badanej

próbki działaniu kwasu azotowego oraz nadtlenu wodoru w podgrzewanej kąpeli wodnej w celu ekstrakcji arsenitu do roztworu, a następnie utlenieniu arsenitu As(III) do arsenatu As(V). Arsen nieorganiczny jest selektywnie oddzielany od reszty arsenicznych składników wymiany anionów za pomocą wysokosprawnej chromatografii cieczowej HPLC², po czym następuje sprzężenie do specyficznego dla tego pierwiastka ICP-MS (spektrometria masowa z plazmą sprzężoną indukcyjnie) w celu ustalenia części masy, którą stanowi nieorganiczny arsen. Do określenia ilości nieorganicznego arsenu używana jest kalibracja zewnętrzna z matrycami dopasowanymi do rozpuszczalnika.

W celu wykonania oznaczania stosowane są następujące odczynniki: kwas azotowy o stężeniu $c(\text{HNO}_3) \geq 65\%$, nadtlenek wodoru $c(\text{H}_2\text{O}_2) \geq 30\%$, roztwór do ekstrakcji 1 $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ w 3%(V/V) H_2O_2 , roztwór do ekstrakcji 2 $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ w 6%(V/V) H_2O_2 , węglan amonu $c(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \geq 99,99\%$, wodny roztwór amoniaku $c(\text{NH}_3(\text{aq.})) \geq 25\%$, metanol do produkcji fazy ruchomej, tritlenek diarsenu $c(\text{As}_2\text{O}_3) \geq 99,5\%$, roztwór wodorotlenku potasu $c(\text{KOH}) = 20 \text{ g/100 cm}^3$, roztwór kwasu siarkowego $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1\%$, fenolftaleina, roztwór standardowy o stężeniu arsenitu 1000 mg/dm³, roztwór kalibrujący oraz roztwór do sprawdzenia oddzielenia chromatograficznego. Sposób przygotowania wszystkich odczynników i roztworów przedstawiono w normie przedmiotowej. Stężenie związków arsenitu w odczynnikach oraz używanej wodzie powinno być odpowiednio niskie, aby nie wpływało na ustalane wartości. Bardzo ważna jest czystość wody, kwasu oraz innych odczynników podczas stosowania metody o wysokiej czułości. Ponadto do wykonania oznaczenia należy użyć następującej aparatury badawczej: wysokosprawnego systemu chromatografii cieczowej (HPLC), silnej kolumny anionowymiennej (SAX), spektrometru masowego z plazmą sprzężoną indukcyjnie (ICP-MS), argonu w stanie lotnym, młynka laboratoryjnego, wagi analitycznej, urządzenia filtrującego do filtracji fazy mobilnej, łaźni wodnej, wirówki, filtrów do strzykawek jednorazowego użytku lub fiolki HPLC z filtrami oraz typowych naczyń i sprzętów laboratoryjnych. Zaleca się unikania wyrobów szklanych, które mogą spowodować zanieczyszczenie arsenem.

Przed wykonaniem badania należy wykonać ekstrakcję w kąpeli wodnej. W tym celu należy zważyć 0,2–0,5 g badanej próbki w formie proszku i przesypać ją do cylindra, po czym napełnić go do 10 cm³ roztworem ekstrakcyjnym 1, dodać klarowną próbkę odczynnika, zamknąć cylinder szczelnym wiekiem i energicznie wstrząsać do czasu dokładnego wymoczenia próbki w roztworze. Jeżeli wyekstrahowana jest świeża próbka, to należy określić zawartość w niej wody. Niektóre, drobno sproszkowane próbki wymagają wydłużonego czasu moczenia. Masa próbki powinna odpowiadać 0,2–0,5 masy suchej materii. Stężenie roztworu ekstrakcyjnego podczas oznaczania powinno być określone na poziomie jednakowego dopasowania do ustalonej macierzy. Roztwory te następnie należy umieścić w podgrzewanej kąpeli wodnej w temp. 90°C i ekstrahować przez 60 min,

po czym ochłodzić do temperatury pokojowej i odwirować przez 10 min.

Przed analizą wszystkie próbki ekstraktów powinny być filtrowane do fiolek typu HPLC w celu utrzymania stałych warunków oznaczania. Aby ustabilizować chromatografię i rozpocząć sekwencję analityczną, należy ponawiać wstrzyknięcia ekstrahowanej próbki. W zależności od matrycy oraz warunków kolumny może się pojawić przesunięcie czasu retencji, które powinno być wzięte pod uwagę podczas wykonywanej analizy. W celu wykreślenia krzywej kalibracji należy wstrzyknąć odpowiednią objętość arsenowych roztworów kalibrujących do wymiany anionów HPLC-ICP-MS oraz określić pola szczytów każdego z punktów kalibracji. Przykład standardowych ustawień aparatury HPLC-ICP-MS przedstawiono w tabeli w [N10]. Jeżeli podczas oznaczania pojawi się znacząca pusta wartość, należy zidentyfikować jej źródło, wyeliminować ją i analizę powtórzyć ponownie. Ponadto należy kontrolować czułość przyrządu przez np. analizę standardowego roztworu kalibracyjnego po każdych 5–10 próbkach, a jeżeli to konieczne, uzyskane wyniki wykorzystać do rekalkulacji. Roztwór klarowny oraz próbki referencyjne zawierające sprawdzone oraz znane nieorganiczne składowe arsenu powinny być przeanalizowane równolegle ze wszystkimi seriami próbek. Jeżeli próbki referencyjne nie są dostępne, wówczas badania wzbogacające powinny być konieczne przeprowadzone, a wyniki powinny posłużyć jako sprawdzenie prawidłowości wykonanej analizy. Utlenienie arsenitu do arsenatu powinno być weryfikowane przez wykonanie eksperymentów odzyskiwania od wzbogacania znanej ilości arsenitu do próbki badań podczas ekstrahowania. Jeżeli utlenianie nie jest kompletne, należy zmniejszyć ilość próbki oraz roztworu nadtlenu wodoru. Czas retencji dla arsenatu jest identyfikowany dzięki analizie roztworów kalibracyjnych. Stężenie nieorganicznego arsenu w roztworach badanych należy policzyć, używając roztworu kalibracyjnego ustalonego przez regresję liniową z krzywej kalibracji. Ułamek masy nieorganicznego arsenu w wyraża się wzorem [N10]:

$$w = \frac{\rho \cdot V \cdot F}{m}, \text{ mg/kg} \quad (11)$$

gdzie: ρ – stężenie masowe nieorganicznego arsenu w roztworze próbki badanej, $\mu\text{g}/\text{dm}^3$; V – objętość roztworu ekstrakcji do ekstrahowania w kąpeli wodnej (zazwyczaj $0,01 \text{ dm}^3$), dm^3 ; m – masa badanej porcji, g; F – stała rozcieńczenia.

Jeśli próbka jest suszona przed analizą, to wynik powinien być zweryfikowany dla zawartości molekularnej. Stężenie masowe nieorganicznego arsenu w roztworze klarownym powinno być możliwe jak najniższe. Jeżeli stężenie nieorganicznego arsenu w klarownym roztworze jest stałe i nie da się go pominąć, powinno być ono odjęte od stężenia masowego nieorganicznego arsenu w roztworze próbki badanej.

1.9. Oznaczanie zawartości arsenu, kadmu, rtęci i ołowiu w artykułach żywnościowych metodą spektrometrii mas z plazmą wzbudzoną indukcyjnie (ICP-MS) po mineralizacji

ciśnieniowej zgodnie z normą PN-EN 15763:2010E [N11] polega na mineralizacji ciśnieniowej roztworu próbki, rozpyleniu utworzonego z niej roztworu do badania i przeniesieniu aerozolu do plazmy argonowej sprzężonej indukcyjnie o wysokiej częstotliwości. Wysoka temperatura plazmy powoduje wysuszenie aerozolu, atomizację i jonizację pierwiastków. Ekstrahowane z plazmy jony są przenoszone do spektrometru masowego, gdzie są rozdzielane według stosunku masy do ładunku i określane przy użyciu licznika impulsów i/lub detektora analogowego. Zaleca się korzystać z wody i kwasu wysokiej czystości, aby nie miały wpływu na wyniki oznaczenia.

W wielopierwiastkowej metodzie wysokiej czułości, takiej jak spektrometria mas sprzężona z plazmą wzbudzoną indukcyjnie ICP-MS, bardzo ważne jest kontrolowanie ślepych roztworów zerowych złożonych z wody i kwasu. Odczynnikami do pomiarów są: kwas azotowy, roztwory podstawowe badanych pierwiastków, rozcieńczony roztwór podstawowy rtęci $\rho(\text{Hg}) = 10 \text{ mg}/\text{dm}^3$, rozcieńczony wieloskładnikowy roztwór podstawowy zawierający: $\rho(\text{As}) = 100 \mu\text{g}/\text{dm}^3$ i $\rho(\text{Cd}, \text{Hg}, \text{Pb}) = 50 \mu\text{g}/\text{dm}^3$ roztwór wzorca wewnętrznego zawierający rod i lutet o stężeniu masowym $\rho = 1 \text{ mg}/\text{dm}^3$, złoto do stabilizacji rtęci, roztwór optymalizacyjny służący do sprawdzania i optymalizacji procedur podczas ustawiania ICP-MS – używany do kalibracji masy i regulacji maksymalnej czułości przy niskich wartościach tlenków i podwójnie naładowanych jonów. Należy stosować roztwory zalecane przez producenta instrumentu ICP-MS. W handlu można nabyć roztwory podstawowe pojedynczych pierwiastków i wielopierwiastkowe. Stężenie rozcieńczonego roztworu wzorca wewnętrznego powinno być wystarczająco wysokie, aby zapewnić wystarczającą intensywność sygnału. Roztwór zerowy ślepy zawiera wodę i kwas w takiej ilości jak w roztworze kalibracyjnym. Do oznaczania pierwiastków w stężeniach śladowych lub ultradźwiękowych zalecane są naczynia z kwarcu lub fluoropolimerów PTFE albo PFA. Nie należy używać szkła lub polichlorku winylu PVC. Aparatura i urządzenia stosowane do oznaczania to: spektrometr masowy z indukcyjnie sprzężoną plazmą argonową ICP-MS działający w zakresie 5–240 amu (atomowa jednostka masy). W celu zmniejszenia wpływu jonów wieloatomowych można stosować spektrometry masowe z dodatkowymi komórkami reakcji lub z sektorami pola umożliwiającymi rozdzielanie jonów wieloatomowych. Urządzenie ICP-MS z układem nebulizacji (rozpylania) z pulsacyjną pompą perystaltyczną powinno mieć kontrolę przepływu masowego gazu nebulizującego.

Na początku oznaczania próbki żywności należy zmineralizować metodą ciśnieniową zgodnie z [N3]. Pozostałość po mineralizacji rozcieńcza się wodą do znanej objętości, tworząc roztwór do badania. Stężenie kwasu azotowego w roztworach kalibracyjnych powinno być podobne do końcowych stężeń w badanym roztworze. W pewnych rzędach wielkości zależność między stężeniem pierwiastka a zmierzoną szybkością zliczania jest liniowa, dlatego można użyć liniowych funkcji kalibracji. Zakres stężenia liniowości powinien być sprawdzany regularnie dla każdego pierwiastka. Przyrządy

ICP-MS muszą mieć parametry zgodne z instrukcją obsługi producenta, zwykle stosowana jest moc plazmy 1100–1500 W. Dzięki krótszemu lub dłuższemu czasowi integracji izotopu można w pewnym stopniu wpływać na czułość. Dla każdego roztworu trzeba wykonać trzy pomiary. Przykład ustawień przyrządu podano w [N11].

Przed rozpoczęciem pomiarów powinno się uruchomić spektrometr ICP-MS i rozgrzewać go przy pełnym trybie pracy przez 20–30 min. Rozdzielczość masy, kalibrację masy, czułość i stabilność systemu sprawdza się przy użyciu odpowiedniego roztworu optymalizującego. ICP-MS reguluje się codziennie, aby uzyskać maksymalne sygnały jonowe oraz niskie szybkości tlenków i podwójnie naładowanych jonów.

W przypadku stosowania spektrometru mas o wysokiej rozdzielczości należy sprawdzić masę kalibracji i czułości dla każdego zastosowanego zakresu rozdzielczości. Należy też sprawdzić czas podawania próbki i wymywania w odniesieniu do długości rurki. Jeśli spodziewane są duże różnice stężeń badanych roztworów, należy wydłużyć czas podawania próbki i wymywania.

Na wyniki uzyskane przez pomiary ICP-MS mogą wpływać różne typy interferencji. Niespektralne zakłócenia są spowodowane np. przez lepkość i ilość matrycy badanego roztworu. Duże ilości soli mogą prowadzić do efektów osadzania, zwłaszcza w układzie stożkowym, dlatego jej ułamek masowy w roztworze badanym zasadniczo powinien być mniejszy niż 0,2%.

Dzięki wewnętrznym roztworom można poprawić niektóre niespektralne efekty interferencji. Efekty pamięciowe w systemie dostarczania próbek mogą wpływać na wyniki analizy próbek po pomiarze wysokich stężeń. Szczególnie wysokie stężenia Hg wymagają przedłużonych czasów wymywania i kontrolnych serii ślepych roztworów. Duże znaczenie podczas pomiarów ICP-MS mają zakłócenia spektralne, z których najważniejsze wymieniono w tabeli 3.

Granice wykrywania zależą od urządzenia i rozdzielczości masowej. Przyrząd stosowany do oznaczania ICP-MS powinien mieć zdolność osiągnięcia wymienionych w tabeli 1.3. granicznych wartości wykrywania instrumentalnego dla czystych roztworów podstawowych. Obliczenie granicy wykrywalności opiera się na 3-krotnym odchyleniu standardowym średniego poziomu w ślepych roztworze. Interferencje izobaryczne na przykład ^{114}Cd i ^{114}Sn można korygować za pomocą wzorów korekcyjnych, jak pokazano na przykładzie w [N11]. Interferencje wieloatomowe są spowodowane przez gaz plazmowy, odczynniki i matrycę obecną w plazmie. Korekty można dokonać za pomocą czynników matematycznych lub przez pomiar wpływu elementu zakłócającego. Do kalibracji przyrządu stosuje się zestaw co najmniej trzech różnych stężeń wybranych w zależności od wartości spodziewanych i liniowego zakresu dynamicznego. Należy zabezpieczyć w przybliżeniu takie same stężenie kwasu azotowego w roztworach próbek i roztworach kalibracyjnych.

Przygotowanie roztworów wzorcowych i roztworów badanych do pomiaru ICP-MS rozpoczyna się od sprawdzenia, czy stężenia wzorców wewnętrznych są takie same we wszystkich

↓ **Tabela 3.** Zalecane izotopy, instrumentalne granice wykrywania i potencjalne zakłócenia [N11]

Pierwiastek	Izotop	Instrumen- talne granice wykrywania $\mu\text{g}/\text{dm}^3$	Zakłócenia spo- wodowane przez izobaryczne lub podwójnie nała- dowane jony	Możliwe interferencje spowo- dowane przez jony wieloatomowe w zależności od rozdzielczo- ści masy	
				300	10 000
As	75	0,5		ArCl^+ , KAr^+ , CaCl^+ , KS^+ , CaS^+ , CoO^+ , CoNH^+ , NiN^+ , NiNH^+	
Au	197	Wzorzec wewnętrzny		TaO^+ , HfOH^+ , WOH^+	
Cd	111	0,5		MoO^+ , MoOH^+ , AsAr^+ , SeCl^+ , SeS^+ , BrS^+ , ZnAr^+	MoO^+ , MoOH^+
	112				
	114	0,2	Sn^+	MoO^+ , MoOH^+ , SeCl^+ , SeS^+ , SeAr^+ , BrCl^+ , BrS^+	
Hg	199				
	200	1,0		HgH^+ , WO^+ , WOH^+	HgH^+
	201				
	202	0,2		HgH^+ , WO^+	HgH^+
Lu	175	Wzorzec wewnętrzny		BaCl^+ , BaAr^+ , CeCl^+ , LaAr^+	
Pb	206	0,3		RhRh^+	
	207			PbH^+ , IrO^+	PbH^+
	208	0,2		PbH^+ , HgC^+ , PtO^+	PbH^+
Rh	103	Wzorzec wewnętrzny		Pb^{2+} , CuAr^+ , SrO^+ , SrOH^+ , SrNH^+ , KrOH^+ , ZnCl^+	

roztworach. Do oznaczania rtęci dodaje się złoto w celu jej stabilizacji. Próbkę badaną po mineralizacji ciśnieniowej poddaje się analizie po rozcieńczeniu. Roztwór wzorcowy wewnętrzny może być również dodawany on-line przez inny kanał na stosowanej do analiz pompie perystaltycznej³. Stężenie roztworu wzorca wewnętrznego i natężenie przepływu pompy trzeba tak dopasować, aby uzyskać stężenie masowe wewnętrznego wzorca w przybliżeniu $\rho = 50 \mu\text{g}/\text{dm}^3$. W celu kalibracji przyrządu ICP-MS należy zmierzyć roztwór zerowy, a następnie roztwory kalibracyjne i zgodnie z instrukcją przyrządu obliczyć funkcję kalibracji. Przykładowe roztwory kalibracyjne [N11]:

- roztwór kalibracyjny 1: $\rho(\text{As}) = 1 \mu\text{g}/\text{dm}^3$, $\rho(\text{Cd}, \text{Hg}, \text{Pb}) = 0,5 \mu\text{g}/\text{dm}^3$,
- roztwór kalibracyjny 2: $\rho(\text{As}) = 5 \mu\text{g}/\text{dm}^3$, $\rho(\text{Cd}, \text{Hg}, \text{Pb}) = 2,5 \mu\text{g}/\text{dm}^3$,
- roztwór kalibracyjny 3: $\rho(\text{As}) = 20 \mu\text{g}/\text{dm}^3$, $\rho(\text{Cd}, \text{Hg}, \text{Pb}) = 10 \mu\text{g}/\text{dm}^3$.

Po kalibracji przyrządu można analizować badane roztwory. Probki otrzymane w wyniku mineralizacji ciśnieniowej należy rozcieńczyć przed pomiarem, aby uniknąć interferencji spowodowanych przez wysokie stężenia pierwiastków matrycy. Końcowa objętość zmineralizowanego roztworu wynosi 20–30 cm^3 . Do pomiaru ICP-MS jest zalecane rozcieńczenie 10-krotne. W krótkich odstępach, np. co pięć lub dziesięć próbek, sprawdza się roztwór zerowy i jeden roztwór kalibracyjny. W przypadku wysokich stężeń Hg należy stosować przedłużone czasy płukania. Obliczanie stężenia odbywa się zwykle automatycznie za pomocą oprogramowania urządzenia ICP-MS. Dla każdego pierwiastka należy kolejno wykonać korektę współczynników zliczania zgodnie z wybranymi funkcjami korekcyjnymi. Zliczenia zmierzone w czlonie zerowym, kalibracji i roztworach badanych są znormalizowane na

podstawie zliczeń wewnętrznego wzorca. Oblicza się funkcję kalibracji. Po zastosowaniu współczynników zliczania, funkcji kalibracji i współczynnika rozcieńczenia oblicza się stężenia pierwiastków. Ułamek masowy określonego pierwiastka w wyraża się wzorem [N11]:

$$w = \frac{a \cdot V \cdot F}{m \cdot 1000}, \text{ mg/kg próbki} \quad (12)$$

gdzie: a – ułamek masowy pierwiastka w badanym roztworze, $\mu\text{g}/\text{dm}^3$; V – objętość roztworu trawiącego po sporządzeniu, cm^3 ; F – współczynnik rozcieńczenia roztworu testowego; m – początkowa masa próbki, g.

W przypadku analitycznej kontroli jakości równolegle ze wszystkimi seriami analizowanych próbek analizuje się roztwory próby ślepej i próbki odniesienia o znanej zawartości oznaczanych pierwiastków. Próbki referencyjne poddaje się wszystkim etapom metody, poczynając od trawienia.

1.10. Oznaczanie zawartości cyklamianianu sodu w artykułach żywnościowych metodą wysokosprawnej chromatografii cieczowej zgodnie z normą PN-EN ISO 12857:2002P [N12] polega na ekstrahowaniu wodą cyklamianianu sodu z próbki, przekształcaniu w N,N-dichlorocykloheksyloaminę i oznaczaniu metodą HPLC w układzie faz odwróconych z detekcją w zakresie UV przy długości fali 314 nm.

Do oznaczania stosuje się następujące odczynniki: metanol, n-heptan, eter naftowy o temperaturze wrzenia w zakresie od 40–60°C, siarczan sodu, roztwór węglanu sodu, roztwór podchlorynu sodu, kwas siarkowy, roztwory wzorcowe cyklamianianu sodu zawierające kwas cykloheksylosulfaminowy o stężeniu wynoszącym 10, 40, 100, 200, 400 i 800 mg/dm^3 , roztwór Carreza I, roztwór Carreza II, fazę ruchomą – mieszaninę 80 części objętościowych metanolu z 20 częściami objętościowymi wody, przesączoną i odgazowaną w łaźni ultradźwiękowej, w razie konieczności można zmodyfikować proporcję metanolu do wody w fazie ruchomej, celulozę w proszku oraz roztwór kondycjonujący do HPLC – roztwór EDTA przesączony przez odpowiedni sączonek membranowy i odgazowany w łaźni ultradźwiękowej.

Do wykonania oznaczenia konieczna jest następująca aparatura i wyposażenie: aparat HPLC z wysokosprawnym chromatografem cieczowym z pompą, dozownikiem próbki, spektrometrem w zakresie ultrafioletu (UV) z rejestratorem i/lub integratorem umożliwiającym pomiar wysokości i powierzchni pików oraz z analityczną kolumną rozdzielczą z fazą odwróconą, łaźnia wodna i ultradźwiękowa, sączonek membranowy, zestaw do sączenia przez sączki membranowe i odgazowywania fazy ruchomej i roztworu kondycjonującego, homogenizator, wirówka z przyspieszeniem odśrodkowym co najmniej 1400 g, próbówki wirówkowe szczelnie zamykane, rozdzielacze, sączki karbowane i filtry do rozdziału faz (opcjonalnie).

W celu przygotowania roztworów próbki z produktów płynnych i dających klarowne roztwory, jak: klarowne soki owocowe lub przesączona solanka z korniszonów, płynne

produkty po rozcieńczeniu wodą do zawartości cyklamianianu równej 400 mg/dm^3 należy przesączyć i pobrać do utworzenia pochodnych. Stałe produkty należy rozpuścić w wodzie w celu otrzymania klarownego roztworu o podobnej zawartości cyklamianianu. Przygotowanie roztworów próbek półstałych, jak np.: przetwory mleczarskie, desery, śmietanka w sprayu, nektary, dżemy, marmolady, polega na starannym ich zhomogenizowaniu, a następnie odważeniu do kolby miarowej 15 g próbki, dodaniu 80 cm^3 wody i umieszczeniu kolby na 10 min w łaźni ultradźwiękowej. Następnie dodaje się 1–2 cm^3 roztworu Carreza I i po wymieszaniu takiej samej ilości roztworu Carreza II, wymieszaniu i uzupełnieniu wodą do 100 cm^3 . Roztwór przesącza się przez sączonek karbowany, odrzucając pierwsze 10 cm^3 przesączu. W celu uwzględnienia objętości ewentualnego osadu, gdy zawartość nierozpuszczalnych substancji beztłuszczowych przekracza 3 g, przed przesąceniem mieszaniny próbki do kolby miarowej zaleca się jej wirowanie przy przyspieszeniu odśrodkowym co najmniej 1400 g. Po dwukrotnym przemyciu osadzonych substancji wodą należy ponownie roztwór wirować zbierając każdy z supernatantów w kolbie pomiarowej i uzupełnić wodą do 100 cm^3 . Do tworzenia pochodnych trzeba pobrać 20 cm^3 tego roztworu.

Aby przygotować roztwory próbki czekolady i produktów pokrewnych, do próbówki wirówkowej należy odważyć 15 g próbki i umieścić probówkę wirówkową w łaźni wodnej o temp. 60°C do całkowitego stopnienia próbki. Starannie i powoli dodać 25 cm^3 eteru naftowego, dokładnie wymieszać, zamknąć probówkę wirówkową korkiem, umieścić ją na 30 s w łaźni ultradźwiękowej i ponownie wymieszać. Zamknięte próbówki wirówkowe wirować przez 10 min przy przyspieszeniu odśrodkowym co najmniej 1400 g, zdekantować warstwę eteru naftowego i powtórzyć ekstrakcję używając 25 cm^3 eteru naftowego i ponownie zdekantować warstwę eteru naftowego. Pozostały w próbówce eter naftowy trzeba odparować, umieszczając ją w łaźni wodnej o temp. 60°C i mieszając. Następnie dodać 30 cm^3 wody, dokładnie wymieszać i umieścić probówkę wirówkową na 5 min w łaźni ultradźwiękowej. Roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej, dodać 1 cm^3 roztworu Carreza I, wymieszać, dodać tyle samo roztworu Carreza II, dokładnie wymieszać, doprowadzić do temp. 20°C i uzupełnić wodą do 100 cm^3 . Roztwór przesączyć przez sączonek karbowany i odrzucić pierwsze 10 cm^3 przesączu. W celu uwzględnienia objętości ewentualnego osadu, gdy zawartość beztłuszczowych substancji nierozpuszczalnych przekracza 3 g, przed przesąceniem jej ilościowo do kolby pomiarowej, zaleca się wirowanie sklarowanej mieszaniny próbki przy przyspieszeniu odśrodkowym co najmniej 1400 g. Przemyć osadzone substancje dwukrotnie wodą i ponownie wirować, zbierając każdy z supernatantów w kolbie pomiarowej, a następnie uzupełnić roztwór wodą do objętości 100 cm^3 . Do tworzenia pochodnych trzeba pobrać 20 cm^3 tego roztworu.

Aby przygotować roztwory próbki emulsji tłuszczowych i produktów zawierających emulsje tłuszczowe, jak na przykład majonez, należy próbkę starannie homogenizować,

a następnie odważyć 15 g próbki do próbówki wirówkowej, dodać 2,5 g celulozy w proszku, wymieszać, dodać 25 cm³ eteru naftowego i wymieszać. Po zamknięciu korkiem umieścić próbówkę na 30 s w łaźni ultradźwiękowej, ponownie wymieszać zawartość i wirować przez 10 min przy przyspieszeniu odśrodkowym co najmniej 1400 g. Warstwę eteru naftowego zdekantować i powtórzyć ekstrakcję, używając 25 cm³ eteru naftowego, i ponownie zdekantować warstwę eteru naftowego. Pozostały w próbówce eter naftowy trzeba odparować w łaźni wodnej o temp. 60°C, cały czas mieszając. Następnie dodać 40 cm³ wody, dokładnie wymieszać i umieścić próbówkę wirówkową na 10 min w łaźni ultradźwiękowej. Roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej, używając 30 cm³ wody, doprowadzić go do temp. 20°C, dodać 1 cm³ roztworu Carreza I, wymieszać, dodać tyle samo roztworu Carreza II, dokładnie wymieszać i uzupełnić do 100 cm³ wodą. Roztwór przesączyć przez sączone karbowany, odrzucić pierwsze 10 cm³ przesączu. W celu uwzględnienia objętości ewentualnego osadu, gdy zawartość beztłuszczowych substancji nierozpuszczalnych przekracza 3 g, przed przesączeniem jej ilościowo do kolby pomiarowej zaleca się wirowanie sklarowanej mieszaniny próbki w ciągu 10 min przy przyspieszeniu odśrodkowym co najmniej 1400 g. Przemyć osadzone substancje dwukrotnie wodą i ponownie wirować, zbierając każdy z supernatantów w kolbie pomiarowej, a następnie uzupełnić roztwór wodą do objętości 100 cm³. W celu tworzenia roztworów pochodnych trzeba pobrać 20 cm³ tego roztworu.

W celu otrzymania roztworu próbki do badań lub badanego roztworu wzorcowego należy do rozdzielacza pobrać pipetą 20 cm³ przygotowanych odpowiednio roztworów próbki lub roztworów wzorcowych, dodać 1 cm³ kwasu siarkowego, 10 cm³ *n*-heptanu i 2,5 cm³ roztworu podchlorynu sodu, a następnie energicznie wytrząsać w ciągu 1 min, po czym pozostawić je do rozdzielania faz i odrzucić dolną fazę wodną. Podobnie jak z warstwą *n*-heptanu należy postępować z trudną do rozdzielenia emulsją. Przemywać warstwę *n*-heptanu 25 cm³ roztworu węglanu sodu, energicznie wytrząsając go przez 30 s i odrzucić dolną warstwę wodną. Po rozdzieleniu klarownych faz suszyć warstwę *n*-heptanu z 1 g siarczynu sodu i przesączyć przez sączone karbowany. Jeżeli nie można rozbić emulsji, suszyć fazę *n*-heptanu, używając 7 g siarczynu sodu i przesączyć przez sączone karbowany lub zastosować filtr do rozdzielenia faz.

Cyklaminian w roztworze próbki do badań należy identyfikować przez porównanie czasu retencji analitu w roztworze próbki z czasem retencji substancji wzorcowej lub jednocześnie wstrzyknięcie roztworu wzorcowego i roztworu próbki do badań, albo dodanie roztworu wzorcowego do roztworu próbki do badań i zapisanie krzywej absorpcji w odpowiednim zakresie długości fali. Do kolumny w odstępach nie mniejszych niż 15 min należy wstrzykiwać jednakowe objętości roztworów próbki do badań i wzorcowych. Aby zmniejszyć ryzyko interferencji substancji eluowanych z wcześniejszych nastrzyków ze składnikami próbek wprowadzonych później, kolejne roztwory badanej próbki powinny być wprowadzone

do kolumny w wystarczająco długich odstępach czasu, na przykład co 30 min. Przykładowe warunki chromatograficzne dające zadawalające wyniki przedstawiono w [N9].

Codziennie przed rozpoczęciem analiz należy kondycjonować kolumnę, przemywając ją przez 10 min wodą, 30 min roztworem kondycjonującym i ponownie 10 min wodą. W celu wykonania oznaczania metodą wzorca zewnętrznego należy scałkować powierzchnie pików lub zmierzyć ich wysokości i porównać wyniki z odpowiadającymi im wartościami dla substancji wzorcowej o najbardziej zbliżonej powierzchni/wysokości pików bądź zastosować wykres kalibracyjny sporządzany metodą wprowadzenia do kolumny odpowiednich ilości roztworów wzorcowych o właściwie dobranych stężeniach masowych. Na podstawie wyników wykreśla się funkcjonalną zależność wysokości lub powierzchni pików roztworów wzorcowych cyklaminianu sodu od odpowiadających im stężeń masowych kwasu cykloheksylosulfaminowego w mg/dm³. Sprawdzić należy liniowość wykresu kalibracyjnego.

Kalibrację oszacować można alternatywnie matematyczną metodą regresji. Należy sprawdzić liniowość wykresu regresji.

W metodzie wzorca zewnętrznego ułamek masowy w lub stężenie masowe ρ kwasu cykloheksylosulfaminowego oblicza się z równania [N12]:

$$w \text{ lub } \rho = \frac{A_1 \cdot V_1 \cdot m_1 \cdot F}{A_2 \cdot V_2 \cdot m_0} \cdot 1000, \text{ mg/kg dla } w \text{ lub mg/dm}^3 \text{ dla } \rho \quad (13)$$

gdzie: A_1 – powierzchnia pików pochodnej cyklaminianu otrzymanej w roztworze próbki do badań; A_2 – powierzchnia pików pochodnej cyklaminianu otrzymanej w roztworze wzorcowym; V_1 – objętość roztworu próbki, cm³ (tutaj 100 cm³); V_2 – objętość roztworu wzorcowego, w cm³ (tutaj 100 cm³); m_1 – masa cyklaminianu w roztworze wzorcowym (V_2), mg; m_0 – masa próbki analitycznej, g; F – współczynnik rozcieńczenia, uwzględniający wszelkie inne nieopisane tu szczegółowo rozcieńczenia niezbędne przy wykonywaniu analizy.

Posługując się wykresem kalibracyjnym ułamek masowy w lub stężenie masowe ρ kwasu cykloheksylosulfaminowego oblicza się z następującego równania [N12]:

$$w \text{ lub } \rho = \frac{\rho_{cs} \cdot V_1 \cdot F}{m_0}, \text{ mg/kg dla } w \text{ lub mg/dm}^3 \text{ dla } \rho \quad (14)$$

gdzie: ρ_{cs} – stężenie masowe kwasu cykloheksylosulfaminowego w roztworze próbki do badań odczytane z wykresu kalibracyjnego lub z wykresu regresji, mg/dm³.

Współczynnik przeliczeniowy z cyklaminianu sodu na kwas cykloheksylosulfaminowy jest równy 0,8906.

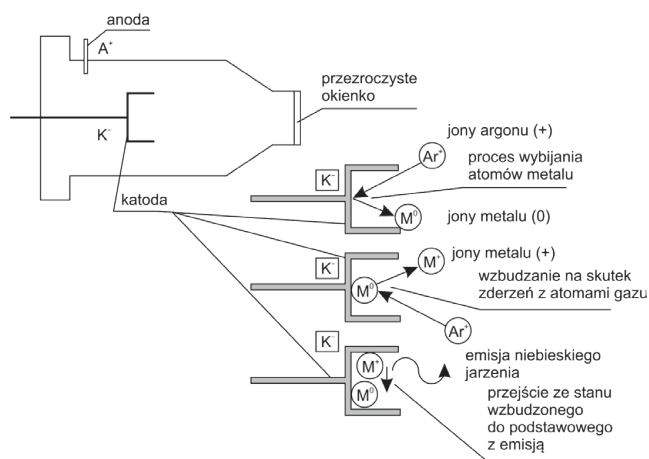
1.11. Oznaczenie zawartości cyny w artykułach żywnościowych metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej oraz absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w piecu grafitowym (FAAS i GFAAS) po mineralizacji ciśnieniowej zgodnie z normą PN-EN 15764:2010E [N13] polega na mineralizowaniu próbek pod ciśnieniem przy

użyciu kwasu azotowego oraz chlorowodorowego. W powstałym roztworze wytrawiającym zawartość cyny ocenia się ilościowo za pomocą pieca płomieniowego AAS (FAAS) lub grafitowego AAS (GFAAS) w zależności od jej stężenia w roztworze próbki⁴. Tą metodą można oznaczać zawartość cyny w artykułach żywnościowych i w żywności konserwowej.

Odczynnikami stosowanymi do badania są: kwas azotowy o stężeniu $c(\text{HNO}_3) \geq 65\%$, kwas chlorowodorowy o stężeniu $c(\text{HCl}) \geq 30\%$, podstawowy roztwór cyny $\rho(\text{Sn}) = 1000 \text{ mg/dm}^3$. Stężenia cyny w użytej wodzie i odczynnikach powinny być na tyle niskie, aby nie wpływały na wyniki oznaczania. Do kalibracji należy przygotować co najmniej cztery roztwory o różnych stężeniach. Przygotowanie roztworów kalibracyjnych do spektrometrii F-AAS polega na wymieszaniu w kolbie odpowiednich ilości wody, kwasów HNO_3 i HCl z dodatkiem podstawowego roztworu cyny, aby otrzymać stężenia masowe $\rho(\text{Sn}) = 5 \text{ mg/dm}^3$, 10 mg/dm^3 , 20 mg/dm^3 i 30 mg/dm^3 . Roztwory kalibracyjne do spektrometrii GF-AAS sporządza się przez wymieszanie w kolbie odpowiednich ilości wody i HCl z dodatkiem podstawowego roztworu cyny, aby otrzymać stężenie masowe $\rho(\text{Sn}) = 0,010 \text{ mg/dm}^3$, $0,020 \text{ mg/dm}^3$, $0,040 \text{ mg/dm}^3$ i $0,060 \text{ mg/dm}^3$. Roztwory wzorcowe: roztwór 1 – o stężeniu $\rho(\text{Sn}) = 50 \text{ mg/dm}^3$ i roztwór 2 – o stężeniu $\rho(\text{Sn}) = 1,0 \text{ mg/dm}^3$ sporządza się przez wymieszanie w kolbie wody i HCl . Po ochłodzeniu roztworu do temperatury otoczenia dodaje się $2,5 \text{ cm}^3$ roztworu podstawowego cyny w przypadku roztworu 1 albo 1 cm^3 wzorcowego roztworu 1 cyny i rozcieńcza wodą do 50 cm^3 . Stężenia przygotowanych roztworów kalibracyjnych powinny mieścić się w liniowym zakresie urządzenia pomiarowego. Roztwór próby ślepej zawiera wodę, kwas azotowy i kwas chlorowodorowy w ilościach odpowiadających stężeniom w roztworze pomiarowym. Podczas spopielenia w piecach grafitowych metodą GF-AAS związki cyny muszą być stabilizowane za pomocą modyfikatorów matrycy. Stosowane są różne modyfikatory o różnych stężeniach. Należy uwzględnić zalecenia producenta urządzenia, aby nie utracić cyny w rurze grafitowej podczas mineralizacji. Modyfikatorami matrycy do oznaczania ilości cyny przykładowo są roztwory $\rho(\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4) = 50 \text{ } \mu\text{g}/10 \text{ cm}^3$ i $\rho(\text{Mg}(\text{NO}_3)_2) = 3 \text{ } \mu\text{g}/10 \text{ mm}^3$, sporządzane zgodnie z [N13]. Wszystkie urządzenia i sprzęt, które wchodzi w bezpośredni kontakt z próbką i roztworem, należy odpowiednio oczyścić.

Do oznaczania stosowana jest następująca aparatura: spektrometr absorpcji atomowej z palnikiem acetylenowo-tlenowym i układem do atomizacji, spektrometr absorpcji atomowej z korekcją tła – zalecana jest korekta tła Zeemanna, grafitowym piecem rurowym i autosamplerem⁵, detekcja elementów selektywnych, lampa o charakterystyce specyficznej dla cyny – lampa z katodą wnątkową⁶ (rys. 6) lub lampa z wyładowaniem bezelektrodowym oraz ciągly piec promieniowy jako alternatywa dla lamp.

W celu wykonania badania należy zmineralizować próbkę w warunkach trawienia ciśnieniowego zgodnie z [N3]. Aby określić zawartość cyny, do naczynia, które zawiera kwas azotowy, należy dodać $0,5\text{--}1 \text{ cm}^3$ kwasu chlorowodorowego, po



↑ Rys. 6. Schemat i zasada działania lampy z katodą wnątkową

czym natychmiast zamknąć naczynie w celu uniknięcia straty aktywnego chloru i rozpocząć wkrótce trawienie pod ciśnieniem. Warunki trawienia zależą od specyfikacji producenta przyrządu, reaktywności próbki, maksymalnej stabilności ciśnienia w naczyniu do trawienia i osiągalnej temperatury.

Badanie metodą płomieniowej spektrometrii absorpcji atomowej FAAS rozpoczyna się od uruchomienia przyrządu, ustabilizowania go i zoptymalizowania zgodnie ze specyfikacjami producenta, a następnie ustawienia długości fali na $286,3 \text{ nm}$ lub $235,5 \text{ nm}$. Płomień palnika tlenek azotu/acetylen wymaga szczególnej uwagi. Jeżeli na palniku powstaje osad, należy go usunąć zanim zakłóci oznaczanie. W razie konieczności należy użyć korekcji tła. Po rozgrzaniu i ustabilizowaniu urządzenia można rozpocząć pomiary. Do kalibracji i wyzerowania urządzenia należy użyć roztworu próby ślepej. Następnie należy zmierzyć roztwory kalibracyjne i użyć wygaszania (absorbancji) i stężeń, by wygenerować krzywą kalibracji. Trzeba ustalić liniowy zakres funkcji. Za pomocą krzywej kalibracji przekształca się uzyskane wyniki pomiaru na jednostki stężenia.

Oznaczanie metodą spektrometrii absorpcji atomowej w piecu grafitowym GFAAS rozpoczyna się od ustawiania i optymalizacji urządzenia według wymagań producenta. Długość fali ustawia się na $286,3 \text{ nm}$. Zgodnie z wymaganiami producenta ustawia się szerokość szczeliny. Objętości próbek modyfikatorów oraz temperaturę, czas suszenia, spopielenia i atomizacji trzeba dostosować do badanej matrycy próbek. W celu wykonania kontroli jakości oznaczania analizuje się materiał referencyjny o dokładnie znanej zawartości cyny, równoległe do każdej serii pomiarów. Kalibracja i pomiar obejmują sprawdzenie, czy krzywa standardowa i standardowa krzywa dodawania mają porównywalne nachylenia. Jeśli różnią się znacznie, należy użyć standardowego dodatku. W przypadku próbek o nieznanym składzie lub roztworów próbek o innym stężeniu kwasu, do kalibracji zaleca się standardową procedurę dodawania. Stosowanie standardowej procedury dodawania wymaga, aby pomiary były w zakresie liniowym. Trzeba określić i regularnie zweryfikować zakres

liniowy funkcji kalibracyjnej. Do standardowej procedury dodawania powinny być dostępne co najmniej trzy punkty pomiarowe, z których co najmniej dwa stanowią dodatki. Stężenie najwyższego dodatku powinno być od dwóch do czterech razy większe niż stężenie roztworu próbki, a najniższego dodatku powinno być równe w przybliżeniu połowie wartości stężenia najwyższego dodatku. Należy wykreślić linię prostą wyginąć wynikłych w stosunku do stężeń dodawania i ekstrapolować linię prostą do jej skrzyżowania z osią stężenia. Aby wyzerować urządzenie, trzeba użyć roztworu zerowego, a następnie zdefiniowanych dodatków do pomiaru próbek. W nowoczesnych urządzeniach czynności te wykonuje auto-sampler bezpośrednio w grafitowym piecu rurowym.

Standardowa procedura kalibracji służąca wyzerowaniu instrumentu jest realizowana przy użyciu roztworu zerowego. Aby wyznaczyć funkcję kalibracji, należy użyć roztworów kalibracyjnych o różnych stężeniach cyny. Do określania funkcji kalibracji używa się par zmierzonych wartości. Roztwór próbki trzeba zmierzyć w rozcieńczeniu 1:10 lub innym odpowiednim rozcieńczeniu. Jeśli ekstynkcja leży poza zakresem kalibracji lub próbka jest zbyt rozcieńczona, należy zmierzyć inne rozcieńczenie. Podczas rozcieńczania należy upewnić się, że stężenia kwasów we wszystkich roztworach pomiarowych (roztwory próbek, roztwory ślepej próby i roztwory kalibracyjne) są identyczne. Dla długich serii pomiarów należy wielokrotnie sprawdzić punkt zerowy i funkcję kalibracji.

Zawartości cyny w artykułach żywnościowych w lub ϕ oblicza się ze wzoru [N13]:

$$w \text{ lub } \phi = \frac{a \cdot V \cdot F}{E \cdot 1000} \text{ mg/kg próbki dla } w \text{ lub mg/dm}^3 \text{ dla } \phi \quad (15)$$

gdzie: a – stężenie masowe cyny w roztworze pomiarowym, mg/dm³; V – objętość rozcieńczonego roztworu trawiącego, cm³; F – współczynnik rozcieńczenia ($F = 1$, jeżeli roztwór do rafinacji został zmierzony bez rozcieńczenia); E – początkowa masa próbki, g lub początkowa objętość próbki, cm³.

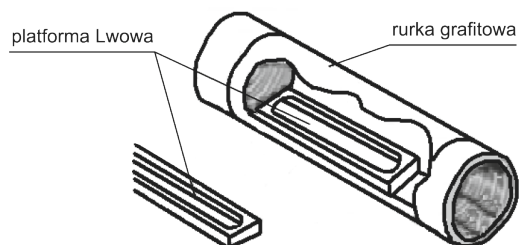
Spektrometr absorpcji atomowej powinien być zdolny do ilościowego oznaczania stężeń w roztworze trawienia wymienionym w tabeli 4.

Granica oznaczalności w roztworze trawienia przygotowanym zgodnie z [N3] zależy od płomienia AAS, a w szczególności od ustawień gazu w palniku acetylenowym. W przypadku pieca grafitowego GF-AAS na granicę kwantyfikacji wpływają rury grafitowe, program temperaturowy, rodzaj modyfikatora matrycy oraz ilość i typ matrycy.

1.12. Oznaczanie zawartości ołowiu, kadmu, chromu i molibdenu w artykułach żywnościowych metodą atomowej spektrometrii z atomizacją w piecu grafitowym (GFAAS) po mineralizacji ciśnieniowej zgodnie z normą PN-EN 14083:2004P [N14] polega na mineralizacji ciśnieniowej próbki, a następnie oznaczeniu techniką atomowej spektrometrii absorpcyjnej z atomizacją w piecu grafitowym ułamka masowego zawartości danego pierwiastka w roztworze

↓ **Tabela 4.** Granice oznaczalności w próbce roztworu pomiarowego określone w mg/dm³ [N13]

Metoda pieca płomieniowego F-AAS	1,00
Metoda pieca grafitowego GF-AAS (20 mm ³ objętość wtrysku)	0,01



↑ **Rys. 7.** Kuweta (rurka pirolityczna powlekana) z platformą Lwowa

badanym. AAS jest metodą wymagającą wykonania krzywej wzorcowej przed przystąpieniem do pomiarów.

Do wykonania oznaczenia należy użyć następującej aparatury badawczej: spektrometru absorpcji atomowej z korekcją tła, z piecem grafitowym zasilanym argonem wyposażonym w system rejestracji pomiaru, kuwety grafitowej, automatycznego podajnika próbek, katodowej lub bezelektrodowej lampy wyładowczej, specyficznych dla ołowiu, kadmu, chromu i molibdenu. Najwyższą czułość oznaczenia uzyskuje się stosując kuwety pokryte grafitem pirolitycznym mające platformę Lwowa (rys. 7).

Duża gęstość grafitu pirolitycznego ogranicza dyfuzję analitu w głąb materiału kuwety. Platforma Lwowa zapewnia równomierny rozkład temperatury na jej powierzchni, co gwarantuje atomizację całej próbki w jednym czasie. Całą aparaturę należy bardzo dokładnie oczyścić w celu zmniejszenia ilości zanieczyszczeń. Ponadto należy

użyć następujących odczynników i roztworów: kwas chlorowodorowy, kwas azotowy, roztwory podstawowe: ołowiu, kadmu, chromu i molibdenu o stężeniach metalu 1000 mg/dm³; minimum trzy różne roztwory kalibracyjne sporządzone przez rozcieńczenie roztworów podstawowych do stężeń koniecznych do kalibracji, zawierających kwasy o stężeniu równym stężeniu kwasu w badanym roztworze; roztwory próbki ślepej zawierające wodę i kwas w ilości równej stężeniu kwasu w roztworze badanym oraz modyfikatory używane do ustalenia optymalnego programu temperaturowego pieca, np. roztwór: azotanu magnezu, roztwór azotanu palladu i magnezu, roztwór fosforanu amonu i azotanu magnezu, roztwór palladu i kwasu askorbinowego, które należy sporządzać według opisu przedstawionego w [N14].

Przed wykonaniem oznaczenia należy przygotować roztwór próbki badanej wg [N3] i ustawić odpowiednio spektrometr. Każdorazowo przed użyciem urządzenia do atomowej spektrometrii absorpcyjnej należy ustawić je zgodnie z instrukcją, szczególnie temperaturę i czas rozkładu oraz temperaturę

↓ **Tabela 5.** Parametry ustawienia aparatu z lampą katodową jako źródłem światła [N14]

Parametr	Ołów	Kadm	Chrom	Molibden
Długość fali, nm	283,3	228,8	357,9	313,3
Szerokość szczeliny, nm	0,7	0,7	0,7	0,7

i czas atomizacji, a ponadto określić modyfikator matrycy i objętość próbki stosowanej do badania. Przykładowe wartości niektórych parametrów aparatu przedstawiono w tabeli 5. Do wykonania oznaczenia AAS należy zastosować metodę kalibracji (metodę wzorca zewnętrznego), polegającą na wyznaczeniu zależności między powierzchnią (wysokością) piksu dla każdej z oznaczanych substancji i ich stężeniem lub masą, stosując przygotowane roztwory kalibracyjne lub metodę dodatków wzorca wewnętrznego polegającą na dodaniu do próbki znanej ilości składnika, tzw. wzorca wewnętrznego (IST), który jest jednak inny od substancji oznaczanych i nie może być obecny w analizowanych próbkach przed jego dodaniem. Dla odpowiedniej porcji próbki do badań metodą absorpcji atomowej oznacza się absorbancję.

Stosując metodę kalibracji przyrząd należy wyzerować używając roztworów próbki ślepej. Jeżeli urządzenie nie ma automatycznego wyznaczenia krzywych kalibracyjnych, trzeba ręcznie wyznaczyć funkcję krzywej dla każdego pierwiastka, biorąc pod uwagę różne stężenia pierwiastków. Następnie sporządza się wykres zależności absorbancji od stężenia i określa liniowy zakres krzywej kalibracyjnej dla każdego pierwiastka, regularnie go sprawdzając. Za pomocą roztworu kalibracyjnego wykonuje się kalibrację w zakresie liniowym, uwzględniając stężenie pierwiastka w roztworze po mineralizacji, bez dodatkowego przygotowania, albo w konkretnym przypadku po odpowiednim rozcieńczeniu. Przy długich seriach pomiarowych należy sprawdzić roztwory próbki ślepej i poszczególne roztwory kalibracyjne.

Stosując metodę dodatków wzorca wewnętrznego liniowy zakres krzywej kalibracyjnej należy określić analogicznie do metody kalibracji. Pomiaru muszą być wykonane w zakresie liniowym. Krzywa dodatków wzorca powinna składać się z minimum trzech punktów, z których co najmniej dwa powinny być punktami z dodatkiem wzorca. Stężenie najwyższego wzorca powinno być 3–5 razy wyższe od stężenia w roztworze badanej próbki, natomiast stężenie wzorca niższego powinno być równe połowie stężenia wzorca najwyższego. Na podstawie uzyskanych w ten sposób wartości należy sporządzić wykres absorbancji w zależności od ilości dodanego wzorca i ekstrapolować wynik prostoliniowo do przecięcia z osią stężenia. W nowszych urządzeniach AAS z systemem automatycznego dozowania próbki, pomiar można wykonać bez uprzedniego rozcieńczenia, co eliminuje ryzyko zanieczyszczenia. W celu kontroli jakości analizy do wszystkich serii oznaczeń powinny być włączane, równoległe z próbkami badanymi, próbki ślepe i próbki odniesienia o znanych stężeniach oznaczanych pierwiastków. Procesem rozpoczynającym przygotowanie próbek odniesienia powinna być mineralizacja.

Oznaczanie pierwiastków śladowych sprowadza się do obliczenia zawartości ułamka masowego danego pierwiastka w, który wyznacza się na podstawie wzoru [N14]:

$$w = \frac{a \cdot V \cdot F}{m}, \text{ mg/kg} \quad (16)$$

gdzie: a – stężenie pierwiastka w roztworze badanym, mg/dm^3 ; V – objętość roztworu uzyskanego po mineralizacji, cm^3 ; F – wskaźnik rozcieńczenia badanego roztworu; m – masa początkowa próbki, g.

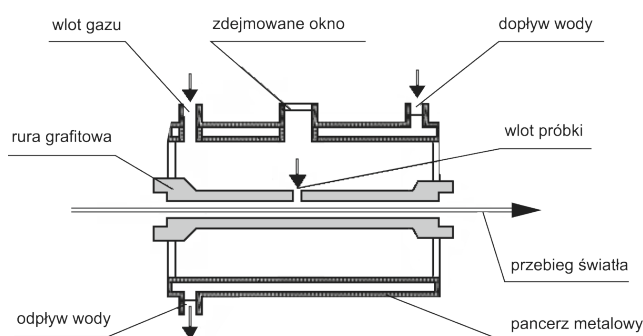
W przypadkach koniecznych od zawartości pierwiastka a należy odjąć wynik uzyskany dla próbki ślepej.

1.13. Oznaczanie zawartości ołowiu, kadmu, cynku, miedzi i żelaza w artykułach żywnościowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej po mineralizacji mikrofalowej zgodnie z normą PN-EN 14084:2004P [N15] polega na mineralizacji próbek w zamkniętych naczyniach w piecu mikrofalowym, w mieszaninie kwasu azotowego i nadtlenu wodoru, a następnie rozcieńczeniu ich wodą i oznaczeniu stężenia metali metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej AAS, techniką płomieniową lub bezpłomieniową, z atomizacją w piecu grafitowym.

Do wykonania oznaczenia należy użyć następujących odczynników i roztworów: kwasu azotowego, nadtlenu wodoru, roztworów wzorcowych sporządzonych z metali lub soli metali lub dostępnych w handlu roztworów: ołowiu, kadmu, cynku, miedzi i żelaza, oraz roztworów kalibracyjnych otrzymanych przez rozcieńczenie roztworów wzorcowych kwasem azotowym, obejmujących liniowy zakres oznaczanego pierwiastka. Roztwory należy przygotować według [N15].

W celu wykonania oznaczenia należy skompletować następującą aparaturę badawczą: spektrometr absorpcji atomowej z piecem grafitowym (rys. 8) z korekcją tła wyposażony w autosampler i palnik gazowy do analizy płomieniowej, lampę katodową i kuwetę grafitową oraz piec mikrofalowy z naczyniami do mineralizacji odpornymi na ciśnienie 1,4 MPa i butelki plastikowe.

Sercem pieca grafitowego jest komora atomizacyjna zbudowana z grafitowej rury z otworem w środku do wprowadzania próbki. Rura jest zamknięta z obu stron oknami kwarcowymi



↑ **Rys. 8.** Schemat pieca grafitowego

przepuszczającymi światło. Próbkę w rurze jest elektrotermicznie odparowywana do postaci atomowej. W pancerzu metalowym na zewnątrz rury krąży woda chłodząca piec, a zewnętrzny strumień gazu obojętnego przepływający wokół rury grafitowej zapobiega przedostawaniu się powietrza do komory. Atomowa spektrometria absorpcyjna z atomizacją w piecu grafitowym GFAAS jest to metoda rutynowo stosowana do oznaczania pierwiastków w próbkach o bardzo złożonym składzie na poziomie $\mu\text{g}/\text{dm}^3$. Próbkę przed wykonaniem badania należy homogenizować zgodnie z zaleceniami podanymi w normie PN-EN 13804:2013-06P [N16]. Mrożonki można homogenizować w całości bez odmrażania. Produkty zamrożone można suszyć przez liofilizowanie bez odmrażania.

W celu wykonania oznaczenia do naczynia do mineralizacji ciśnieniowej należy odważyć 0,2–0,5 g suchego materiału. Jeżeli zawiera on np. 50% wody, to masa próbki do badań może wynosić do 1 g. Następnie należy dołączyć jedną próbkę ślepą odczynnikową na każdy wsad. Do każdego naczynia do mineralizacji dodaje się 5 cm^3 kwasu azotowego i 2 cm^3 nadtlenu wodoru, zamyka naczynia i umieszcza je w rotorze pieca mikrofalowego. Po zamknięciu drzwi pieca ustawia się program zmian mocy pieca w funkcji czasu dla poszczególnych etapów nagrzewania, według zaleceń producenta urządzenia dla określonego typu ważonej próbki. Zaleca się zbadanie stosowanego programu w warunkach, w których użyto jednocześnie pełnego zestawu naczyń ciśnieniowych. Przy wykorzystywaniu mniejszej liczby naczyń, pozostałe mogą być używane jako próbki ślepe. Jeżeli stosowany piec ma urządzenie kontrolujące ciśnienie tylko w jednym naczyniu, to należy monitorować naczynie o spodziewanym najwyższym ciśnieniu, zwykle naczynie z największą próbką w przeliczeniu na suchą masę.

Przed wykonaniem oznaczenia należy próbkę rozcieńczyć. W tym celu naczynie do mineralizacji należy wyjąć z pieca mikrofalowego i po ochłodzeniu otworzyć je, pokrywkę i ściany naczynia spłukać wodą, po czym uzupełnić wodą do określonej objętości i przygotować próbkę ślepą w tych samych warunkach. Wybór stosowanej metody do oznaczenia – techniki płomieniowej lub z atomizacją w piecu grafitowym – zależy od stężeń analizowanych pierwiastków. Zn, Cu i Fe mogą być oznaczane metodą płomieniową AAS, a Pb i Cd w artykułach żywnościowych zwykle oznaczają się metodą GFAAS z atomizacją w piecu grafitowym. Istotne jest, aby podczas stosowania metody dodatków wzorca pomiary były wykonywane w zakresie liniowym. Krzywą dodatków wzorca należy wykreślić z wykorzystaniem przynajmniej trzech punktów, z czego przynajmniej dwa punkty powinny być punktami dla dodatków wzorca. Stężenie najwyższego wzorca powinno być 3–5-krotnie większe niż stężenie w roztworze próbki. Stężenie niższego wzorca powinno być równe połowie stężenia najwyższego wzorca.

Wykonując oznaczenie techniką płomieniową AAS należy rozcieńczyć roztwór próbki 1:1 kwasem azotowym o stężeniu $c \approx 0,1 \text{ mol}/\text{dm}^3$, a roztwory wzorcowe 1:1 kwasem azotowym

↓ **Tabela 6.** Parametry przyrządu pomiarowego dla techniki płomieniowej AAS przy płomieniu utleniającym powietrze-acetylen [N15]

Pierwiastek	Długość fali, nm
Zn	213,9
Cu	324,7
Fe	248,3

↓ **Tabela 7.** Zakresy parametrów urządzenia dla metody GFAAS z objętością dozowania 20 mm^3 [N15]

Metal	Długość fali, nm	Parametr	Zakres wartości w etapie 1 do 4
Pb	283,3	temperatura, °C	130–2500
		czas wzrostu temperatury, s	0–15
Cd	228,8	czas ogrzewania, s	2–30

o stężeniu $c \approx 3,0 \text{ mol}/\text{dm}^3$. Wszystkie następne rozcieńczenia powinny być sporządzone z użyciem kwasu azotowego o stężeniu $c \approx 0,1 \text{ mol}/\text{dm}^3$. Ważne jest, by roztwór był możliwie najmocniej rozcieńczony, gdyż zbyt wysokie stężenie kwasu w roztworze próbki po mineralizacji źle wpływa zarówno na wynik, jak i na urządzenie. Roztwór należy tak rozcieńczyć, aby stężenia kwasu w roztworach wzorców i roztworach próbki były jednakowe. W takim postępowaniu wystarczy zwykle tradycyjna krzywa wzorcowa. Interferencje z matrycy mogą wyraźnie wpływać na wyniki oznaczania żelaza, dlatego należy stosować metodę dodatków wzorca albo krzywą kalibracyjną dopasowaną do matrycy. Przykłady parametrów przyrządu dla metody płomieniowej AAS podano w tabeli 6.

Do oznaczania Pb i Cd techniką atomizacji w piecu grafitowym, w celu uniknięcia zbyt dużego rozcieńczania próbek, należy używać pirolitycznie powlekanych rurek grafitowych z platformą. Metodę tę można stosować również do oznaczania Cu. Kolejno należy zaprogramować autosampler do podawania do pieca grafitowego takiej ilości próbki, której absorbancja tła nie jest większa niż 0,5 jednostek absorbancji (wysokość pików). Sampler automatyczny jest kierowanym przez komputer uniwersalnym urządzeniem do pobierania próbek. Składa się on ze stołu, ruchomego ramienia, sondy z kapilarą transportującą, tacy oraz interfejsu elektronicznego. Ruchome ramię ma możliwość poruszania się w trzech płaszczyznach. Łatwa do demontażu taca z próbkami zapewnia dużą elastyczność, jeśli chodzi o wykorzystanie naczyń miarowych różnej wielkości zapewniając w ten sposób możliwość rozcieńczeń. Po zamontowaniu tacy próbka jest automatycznie pipetowana przy użyciu sondy zamieszczonej na ruchomym ramieniu. Przykłady zakresu parametrów przyrządu pomiarowego odpowiednich dla urządzenia HGA 600 produkcji firmy Perkin Elmer przedstawiono w tabeli 7.

Program temperaturowy procesu spalania i atomizacji powinien być optymalizowany dla każdej matrycy. Dla nowej matrycy sporządza się krzywe spopielenia/atomizacji w celu optymalizacji parametrów techniki z atomizacją w piecu grafitowym. Zawsze należy stosować metodę dodatków wzorca, a jej uproszczoną wersją jest krzywa wzorcowa dopasowana do matrycy dla próbek o tej samej matrycy i masie. Próbkę

i roztwory wzorcowe miesza się i używa do wykonywania krzywej wzorcowej metodą dodatków wzorca, która jest przesunięta równolegle do punktu przecięcia osi, i stosuje się ją jako krzywą wzorcową dla kolejnych próbek rozcieńczonych w tych samych proporcjach. Dzięki temu wzorzec dopasowany do matrycy i roztwory próbek będą miały takie same stężenie matrycy. W celu uzyskania wyniku pomiaru należy zmierzyć powierzchnię piku w przypadku stosowania metody GFAAS, a dla metody płomieniowej AAS – użyć wartości ustalonego sygnału stanu stacjonarnego. Następnie należy sporządzić krzywą kalibracyjną i odczytać z niej stężenie pierwiastka, po czym obliczyć zawartość pierwiastków w badanej próbce w, jako ułamków masowych oznaczanego pierwiastka, posługując się wzorem [N15]:

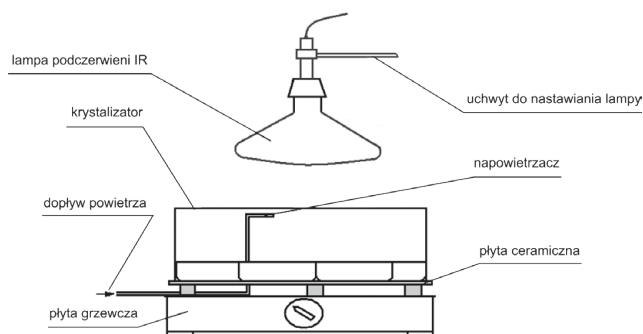
$$w = \frac{(a - b) \cdot V}{m}, \text{ mg/kg} \quad (17)$$

gdzie: a – stężenie pierwiastka w roztworze badanym, mg/dm^3 ; b – średnie stężenie pierwiastka w roztworze próbki ślepej, mg/dm^3 ; V – objętość roztworu próbki, cm^3 ; m – masa próbki, g.

Gdy próbka jest rozcieńczona, należy uwzględnić współczynnik rozcieńczenia, a wyniki wyrażone w przeliczeniu na suchą masę należy przeliczyć na świeżą masę. Granice wykrywalności i oznaczalności powinny zostać oszacowane dla każdego pierwiastka zgodnie z [N15], z uwzględnieniem odchylenia standardowego dla długiej serii pomiarów. Bez względu na różnicę między dwoma pojedynczymi wynikami badań wykonanych w tym samym laboratorium, tą samą metodą dla identycznego materiału do badań, przez tego samego wykonawcę używającego tego samego wyposażenia, w krótkich odstępach czasu, nie może przekraczać 5% przypadków granicy powtarzalności podanej w [N15].

1.14. Oznaczenie zawartości ołowiu, kadmu, cynku, miedzi, żelaza i chromu w artykułach żywnościowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (AAS) po mineralizacji suchej zgodnie z normą PN-EN 14082:2003P [N17] polega na mineralizowaniu próbki na sucho w temp. 450°C , przy stopniowym wzroście temperatury, roztworzeniu popiołu w kwasie chlorowodorowym i odparowaniu roztworu do sucha, po czym roztworzeniu pozostałości popiołu w kwasie azotowym i oznaczeniu zawartości metali metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej techniką płomieniową lub z atomizacją w piecu grafitowym.

Do wykonania oznaczenia potrzebne są następujące odczynniki i roztwory: kwas chlorowodorowy, kwas azotowy i roztwory wzorcowe: ołowiu, kadmu, chromu, cynku, miedzi i żelaza o stężeniu 1000 mg/dm^3 oraz roztwory kalibracyjne sporządzone według [N17], z odpowiednio rozcieńczonych kwasem azotowym roztworów wzorcowych, do stężeń wzorców obejmujących liniowy zakres funkcji kalibracyjnej dla pierwiastków oznaczanych metodą AAS z atomizacją w piecu grafitowym lub do stężeń wzorców obejmujących zakres pierwiastka oznaczanego w analizie metodą płomieniową AAS.



↑ Rys. 9. Schemat urządzenia do wstępnego spalania próbek bez programatora [N17]

Aparatura i sprzęt potrzebne do wykonania oznaczenia: spektrometr absorpcji atomowej z korekcją tła wyposażony w piec grafitowy, autosampler i palnik zasilany odpowiednim gazem, lampy specyficzne dla pierwiastków, programowany piec z termostatem, płyta grzewcza, lampa IR 250 W, płyta ceramiczna, pokrywa szklana, płuczka, parownice platynowe lub kwarcowe i szczelnie zamykane butelki z tworzywa sztucznego. Próbkę przed wykonaniem badania należy homogenizować zgodnie z zaleceniami podanymi w [N17]. W celu wykonania mineralizacji suchej należy odważyć 10–20 g próbki. W przypadku suszenia i spalania w piecu z programatorem parownicę z próbką do badań należy umieścić w piecu o temperaturze początkowej nie większej niż 100°C i podwyższać temperaturę do 450°C z maksymalną szybkością 50°C/h . Odstawić próbkę na noc. Aby uniknąć ryzyka wrzenia, należy sprawdzić, czy zastosowano odpowiednio niską temperaturę i długość czasu suszenia. W przypadku suszenia i spalania próbek w piecu bez programatora (rys. 9) należy parownicę z próbką do badań przykrytą szklaną pokrywą umieścić na ceramicznej płycie i uruchomić przepływ oczyszczonego powietrza przez rurkę szklaną nad próbką.

Po ustawieniu lampy IR w odległości 30–40 cm od próbki ustawia się temperaturę płyty grzewczej na 100°C . Z postępującym procesem suszenia należy zmniejszać odległość pomiędzy lampą a próbką i prowadzić proces do chwili uznania, że próbka jest sucha. W tym momencie lampa powinna być przy pokrywie. Podwyższając stopniowo temperaturę lampy IR i płyty grzewczej do końcowej 300°C należy wstępnie spalać próbkę. Czas wstępnego spopielenia próbki wyraźnie zależy od jej rodzaju. Parownicę umieszcza się w piecu w temp. $200\text{--}250^\circ\text{C}$ i podwyższa temperaturę do 450°C z szybkością co najwyżej 50°C/h , a następnie odstawia się próbkę na noc. W celu rozpuszczenia spopielenia próbki wyjmie się parownicę z pieca i schładza. Popiół trzeba zwilżyć wodą, odparować i umieścić parownicę ponownie w piecu o temp. do 200°C , po czym zwiększać temperaturę do 450°C w czasie 1–2 h. Jeżeli próbka nie jest całkowicie spalona, to czynności należy powtarzać. Następnie do parownicy dodaje się kwasu chlorowodorowego, tak aby zwilżyć nim całą powierzchnię popiołu, po czym odparowuje kwas na łaźni wodnej lub płycie grzewczej. Pozostałość należy rozpuścić w 10–30 cm^3

kwasu azotowego, zamieszać ostrożnie parownicą, aby cały popiół miał kontakt z kwasem, po czym przykryć szkiełkiem zegarkowym i odstawić próbkę na 1–2 h. Po wymieszaniu roztworu bagietką szklaną w parownicy przenosi się jej zawartość do plastikowej butelki. Wybór metody atomowej spektrometrii absorpcyjnej AAS – techniki płomieniowej lub z atomizacją w piecu grafitowym – zależy od stężeń analizowanych pierwiastków. Kiedy tylko jest to możliwe, powinno się stosować technikę płomieniową AAS, gdyż jest ona mniej wrażliwa na interferencje niż AAS z atomizacją w piecu grafitowym. Do oznaczania Pb, Cd i Cr najczęściej stosuje się AAS z atomizacją w piecu grafitowym, a do oznaczania Zn, Cu i Fe – zwykle technikę płomieniową AAS. W metodzie technik płomieniowych AAS zawartość metali w próbkach określa się z krzywej kalibracyjnej sporządzonej z co najmniej trzech wzorców. Przykładowe parametry przyrządu dla płomieniowej AAS podano w tabeli 8.

W badaniu techniką bezpłomieniową AAS z atomizacją w piecu grafitowym należy zawsze stosować metodę dodatków wzorca, chyba że wykazano brak takiej konieczności. W metodzie dodatków wzorca jest ważne wykonanie pomiarów w zakresie liniowym. Zaleca się pomiar powierzchni piku, a nie jego wysokości. Przykłady parametrów pokazanego na rys. 10 przyrządu HGA 500 firmy PerkinElmer Wallac podano w tabeli 9.

Program temperaturowy dotyczący procesu spalania i atomizacji powinien być optymalizowany dla każdej matrycy. W celu uzyskania wyniku pomiaru w metodzie GFAAS należy zmierzyć powierzchnię piku, a w metodzie płomieniowej AAS – użyć wartości ustalonego sygnału, po czym sporządzić krzywą kalibracyjną i odczytać z niej stężenie pierwiastka. Zawartość oznaczanego pierwiastka w badanej próbce w jako ułamek masowy tego pierwiastka oblicza się z następującego wzoru [N17]:

$$w = \frac{(a-b) \cdot V}{m}, \text{ mg/kg} \quad (18)$$

gdzie: a – stężenie pierwiastka w roztworze badanym, mg/dm^3 ; b – średnie stężenie pierwiastka w roztworze próbki ślepej, mg/dm^3 ; V – objętość roztworu próbki, cm^3 ; m – masa próbki, g.

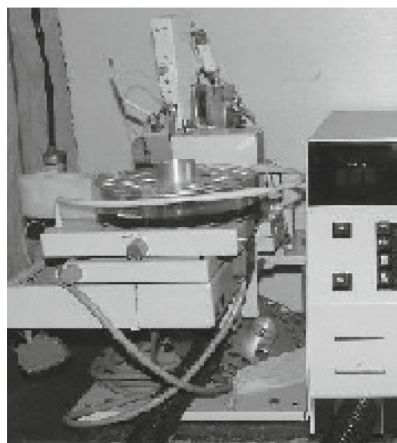
1.15. Oznaczanie zawartości wapnia, miedzi, żelaza, magnezu, manganu, fosforu, potasu, sodu, siarki i cynku w artykułach żywnościowych metodą ICP-OES zgodnie z normą PN-EN 16943:2017-06E [N18] polega na mineralizacji ciśnieniowej próbek, a następnie rozpuszczeniu ich w roztworze kwasów, rozpyleniu roztworu po trawieniu, skierowaniu aerozolu do indukcyjnie sprężonej plazmy argonowej, w której pierwiastki są atomizowane i wzbudzone do promieniowania analizowanego spektralnie dzięki zastosowaniu optycznej spektrometrii emisyjnej z plazmą sprężoną indukcyjnie ICP-OES⁷. Omawiana metoda została zatwierdzona w badaniu międzylaboratoryjnym mieszanki dla niemowląt na bazie soi, a także sera, kurczaków, mąki pszennej, soku jabłkowego, homarów i mleka.

↓ **Tabela 8.** Parametry przyrządu dla techniki płomieniowej AAS [N17]

Pierwiastek	Płomień	Długość fali, nm
Zn	powietrze-acetylen, utleniający	213,9
Cu	powietrze-acetylen, utleniający	324,7
Fe	podtlenek azotu-acetylen, utleniający	248,3

↓ **Tabela 9.** Parametry urządzenia dla AAS z atomizacją w piecu grafitowym [N17]

Metal	Długość fali, nm	Parametr	Etap 1	Etap 2	Etap 3	Etap 4	Objętość próbki, cm^3	Rodzaj rurki grafitowej
Pb	283,3	temperatura, $^{\circ}\text{C}$ czas wzrostu temperatury, s czas ogrzewania, s	130 10 30	450 15 10	1900 0 4	2500 2 2	20	z platformą Lwowa
Cd	228,8	temperatura, $^{\circ}\text{C}$ czas wzrostu temperatury, s czas ogrzewania, s	130 10 30	350 15 10	1200 0 4	2500 2 2	10	z platformą Lwowa
Cr	357,9	temperatura, $^{\circ}\text{C}$ czas wzrostu temperatury, s czas ogrzewania, s	130 1 19	1200 10 10	2300 0 2	2700 2 3	20	pirolizacyjne powlekanie

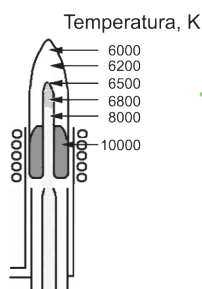


← **Rys. 10.** Przyrząd HGA 500 produkcji firmy PerkinElmer Wallac [1]

Sprzęt i aparatura stosowane do badania to: kolby miarowe, pipeta, termometr z zaznaczoną temperaturą pokojową, naczynia do trawienia oraz optyczny spektrometr emisyjny z indukcyjnie sprężoną plazmą argonową ICP-OES.

Przed rozpoczęciem badania należy upewnić się, że urządzenie badawcze jest ustawione zgodnie z danymi producenta oraz, że plazma jest uruchomiona. Po wystarczającym ogrzaniu i stabilizacji urządzenia trzeba zoptymalizować jego ustawienia.

Odczynniki używane do wykonania oznaczeń to: kwas azotowy o ułamku masowym $w \geq 65\%$, kwas solny $w = 30\%$, nadtlenek wodoru $w = 30\%$ i roztwór chlorku cezu jako bufor jonizacji o ułamku masowym $w = 10\%$. Wszystkie odczynniki mają być oczyszczone analitycznie, a poszczególne roztwory podstawowe pierwiastków nie mogą zawierać żadnych zanieczyszczeń. Do badań stosowany jest też wewnętrzny wzorzec, np. skand, itr, iterb. W zależności od matrycy, np. dla próbek o wysokiej całkowitej zawartości soli, jego zastosowanie może korzystnie zmniejszyć zakłócenia fizyczne, ale należy upewnić się, że nie wystąpiły żadne zakłócenia



← **Rys. 11.** Rozkład temperatur w obszarze płomienia argonowej plazmy indukcyjnie sprzężonej [2]

wskutek interferencji linii spowodowanej wewnętrznym wzorcem. Roztwór podstawowy każdego pierwiastka powinien mieć stężenie masowe $\rho = 1000 \text{ mg/dm}^3$ i nie może zawierać innego pierwiastka. Aby przygotować roztwory wzorcowe o stężeniu masowym oznaczanych pierwiastków $\rho = 100 \text{ mg/dm}^3$, należy wlać do kolby miarowej 10 cm^3 wody, dodać 2 cm^3 kwasu azotowego i wymieszać. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej dodać po 5 cm^3 roztworu podstawowego miedzi, żelaza, manganu i cynku oraz uzupełnić wodą do 50 cm^3 . Stężenia roztworów odniesienia służą jako przykłady i należy je dostosować odpowiednio do czułości przyrządu, kierunku widzenia (osiowego lub promieniowego) i koniecznego zakresu badania stężeń. Jeśli to możliwe, kalibrację przeprowadza się w zakresie liniowym. Do kalibracji powinny być przygotowane minimum 3 roztwory wzorcowe o różnych stężeniach, a w zakresie nieliniowym – 5 roztworów. Stężenia odczynników powinny odpowiadać próbnemu roztworowi pomiarowemu.

Do kolby pomiarowej należy wlać $10\text{--}20 \text{ cm}^3$ wody, dodać 10 cm^3 kwasu azotowego, 2 cm^3 kwasu chlorowodorowego i całość wymieszać. Po schłodzeniu do temperatury pokojowej dodać pipetą roztwory podstawowe i wzorcowe. W przypadku użycia buforu jonizacyjnego należy dodać 10 cm^3 10-proc. roztworu chlorku cezu. Aby sporządzić roztwory odniesienia, należy w kolbach pomiarowych pojemności 100 cm^3 wymieszać roztwory wapnia, magnezu, potasu i sodu. Po dodaniu roztworów wzorcowych miedzi, żelaza, magnezu i cynku oraz uzupełnieniu wodą, stężenia masowe wymienionych pierwiastków powinny wynosić $\rho = 0,5 \text{ mg/dm}^3$ w roztworze odniesienia 1, $\rho = 2,0 \text{ mg/dm}^3$ w roztworze odniesienia 2 i $\rho = 5,0 \text{ mg/dm}^3$ w roztworze odniesienia 3. Roztwory odniesienia fosforu i siarki sporządza się, wlewając do kolb $1,0 \text{ cm}^3$, $5,0 \text{ cm}^3$ i $10,0 \text{ cm}^3$ roztworów podstawowych fosforu i siarki i uzupełnia wodą. Roztwór zerowy zawiera wodę, 10 cm^3 kwasu azotowego, 2 cm^3 kwasu chlorowodorowego i w niektórych przypadkach 10 cm^3 roztworu chlorku cezu i odpowiednią ilość wzorca wewnętrznego.

Próbki do oznaczania należy poddać mineralizacji zgodnie z normą [N3]. W przypadku suchych, proszkowych lub sypkich materiałów zawierających poniżej 20% wody należy dodać 2 cm^3 wody na 400 mg próbki i intensywnie wymieszać z wodą. Następnie dodać kwas azotowy i ponownie wymieszać. Podczas oznaczania żelaza, w celu uniknięcia strat wchłaniania, do naczynia do trawienia zawierającego kwas azotowy dodaje się $0,5\text{--}1,0 \text{ cm}^3$ kwasu chlorowodorowego. Nie należy dodawać kwasu chlorowodorowego przed

zakończeniem reakcji chemicznej spowodowanej dodaniem kwasu azotowego. Po dodaniu kwasu chlorowodorowego naczynie do trawienia należy natychmiast zamknąć. Po zakończeniu stabilizacji ciśnienia według normy [N3] należy uzupełnić roztwór do trawienia do ustalonego poziomu np. 20 cm^3 . Do oznaczenia kolejnych pierwiastków można używać roztwór bezpośrednio lub po rozcieńczeniu. Podczas wykonywania badania należy przestrzegać warunków zalecanych przez producenta urządzenia. Badania urządzeniem ICP-OES należy rozpocząć po zoptymalizowaniu jego nastaw. Długości fal zalecane do określania pierwiastków przedstawiono w [N18]. W pewnych urządzeniach mogą być różne długości fal. Przy oznaczaniu sodu i potasu na ogół występują zakłócenia jonizacyjne. Generalnie do osiowego rejestrowania emisji plazmy powinien być stosowany bufor jonizacji, np. chlorek cezu 1-proc. w roztworze pomiarowym. Do pomiaru roztworu zerowego i roztworów wzorcowych przygotowuje się krzywą kalibracji wykorzystując obszary pików intensywności emisji i stężenia. W przypadku złożonych matryc może być konieczna standardowa metoda dodawania. Zmierzone w pobranych próbkach obszary pików lub intensywność są zamieniane za pomocą krzywej kalibracyjnej z wykorzystaniem regresji liniowej na jednostki stężenia. W przypadku próbek o wysokich stężeniach pierwiastków należy zapewnić wystarczający czas płukania przed następnym pomiarem.

Ułamek masowy próbki w oblicza się ze wzoru [N18]:

$$w = \frac{a \cdot V \cdot F}{m}, \text{ mg/kg lub mg/dm}^3 \quad (19)$$

gdzie: a – ułamek masowy pierwiastka w roztworze próbki, mg/dm^3 ; V – objętość roztworu próbki po trawieniu, cm^3 ; F – współczynnik rozcieńczenia próbki roztworu pomiarowego; m – masa badanej porcji użyta do trawienia, g lub objętość próbki, cm^3 .

Przypisy

1. Atomowa spektrometria absorpcyjna AAS (ang. *Atomic Absorption Spectrometry*) opiera się na zjawisku absorpcji promieniowania elektromagnetycznego emitowanego przez wzbudzone wolne atomy metali powstające w trakcie atomizacji najczęściej pod wpływem temperatury ($1000\text{--}4000 \text{ K}$). Absorbowane jest promieniowanie o specyficznej długości fali odpowiadającej promieniowaniu atomów określonego pierwiastka. Schemat blokowy spektrometru absorpcji atomowej przedstawiono na rys. 1.1.

W celu selektywnego odparowania nieorganicznych i organicznych składników roztworu w jak najwyższej temperaturze, w której nie następuje jeszcze odparowanie metali atomów analitu, stosuje się rozkład termiczny – mineralizację w podwyższonej temperaturze. Chmura wolnych atomów oznaczanego pierwiastka zdolnych do absorpcji promieniowania charakterystycznego jest wytwarzana w atomizerze. Stosuje się różne typy atomizerów: płomieniowe, elektrotermiczne (bezpłomieniowe), wodorowe – do pierwiastków łatwo tworzących wodorki, a atomizery zimnych par – do oznaczania rtęci. Technika atomowej spektrometrii absorpcyjnej z generacją wodorków (HGAAS ang. *Hidride Generation AAS*) w połączeniu z techniką generowania

par stała się podstawową metodą oznaczania takich pierwiastków, jak: As, Se, Ge, Bi, In, Pb, Sn i Te. Monochromator eliminuje cały zakres promieniowania niebędącego promieniowaniem źródła, a przepuszcza jedynie promieniowanie emitowane przez oznaczany pierwiastek.

2. Wysokosprawna chromatografia cieczowa HPLC (ang. *High-Performance Liquid Chromatography*) jest odmianą chromatografii cieczowej stosowaną do oczyszczania, badania czystości oraz identyfikacji związków chemicznych. Jest to rodzaj cieczowej chromatografii kolumnowej, w której analizowana próbka jest rozpuszczana w odpowiednio dobranym rozpuszczalniku, zależnym od właściwości substancji i zastosowanego układu (czasem stosuje się fazę ruchomą) oraz w formie roztworu o znanym stężeniu i objętości jest kierowana na kolumnę wypełnioną specjalnym złożem porowatym lub żelowym. Rolę cieczy nośnej (fazy ruchomej) pełni odpowiednio dobrana mieszanina (tzw. eluent). Spektrometria mas sprzężona z plazmą wzbudzaną indukcyjnie ICP-MS (ang. *Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry*) to technika spektrometrii mas wykrywania pierwiastków, głównie metali i kilku niemetałów w stężeniach tak niskich, jak jedna część w 1015. Osiąga się to przez jonizację w plazmie indukcyjnie sprzężonej, a następnie za pomocą spektrometru masowego wyznacza ilości jonów.
3. W pompie tej ciecz jest przepychana przez elastyczny przewód za pomocą karbowanego paska, karbowanego wałka, toczących się rolek lub wirnika z krzywkami przesuwającego się po przewodzie.
4. Atomowa spektrometria absorpcyjna w zależności od typu atomizera, odpowiedzialnego za powstawanie wolnych atomów oznaczanego pierwiastka, może być stosowana w wersji płomieniowej FAAS (ang. *Flame Atomic Absorption Spectrometry*), z piecem grafitowym GFAAS (ang. *Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy*) lub elektrotermicznej ETAAS (ang. *Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry*). Metodę płomieniową stosuje się wówczas, gdy próbkę z badanym pierwiastkiem można rozpuścić w kwasach. W metodzie GFAAS małą ilość badanej próbki ogrzewa się w rurce grafitowej, a absorbancję uwalnianych w rurce wolnych atomów badanego pierwiastka mierzy się względem wzorców. Umożliwia ona oznaczanie pierwiastków na poziomie ng/cm³. Czas pobytu wolnych atomów na drodze optycznej wiązki promieniowania pochodzącego z lampy wynosi 1–2 s.
5. autosampler automatyczny jest kierowanym przez komputer uniwersalnym urządzeniem do pobierania próbek.
6. W lampie z katodą wewnętrzną HCL (ang. *Hollow Cathode lamp*) anoda i katoda są umieszczone w szklanym cylindrze wypełnionym zwykle neonem lub argonem pod ciśnieniem 2–8 hPa. W cylindrze jest okienko z kwarcu lub szkła przepuszczalnego dla promieni UV. Gaz szlachetny powinien zapewnić uzyskanie jak najmniejszej interferencji przy największej intensywności emisji lampy. Po przyłożeniu do elektrody odpowiedniego napięcia w gazie wypełniającym zachodzi wyładowanie i powstawanie jonów bombardujących katodę. Metal katody zostaje rozpylony i przechodzi w stan pary atomowej, która jest bombardowana dalej przez jony i elektrony. Atomy metalu przechodzą na różne poziomy wzbudzenia, a wracając do niższych stanów energetycznych emitują widmo o charakterystycznych dla nich liniach

emisyjnych. Katoda powinna emitować charakterystyczne promieniowanie atomów oznaczanego metalu. Lampy z wyładowaniem bezelektrodowym EDL (ang. *Electrodeless Discharge Lamp*) zwykle dają intensywniejsze promieniowanie i w pewnych przypadkach są bardziej czułe niż lampy z katodą wewnętrzną. Są także precyzyjniejsze oraz umożliwiają pracę w niższych granicach wykrywalności. Rozdzielczość przyrządu pomiarowego podczas normalnej pracy musi odpowiadać co najmniej wartości połowy szerokości linii emisyjnej lampy właściwej dla danego pierwiastka.

7. ICP OES (ang. *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*) jest szeroko stosowaną techniką analityczną charakteryzującą się możliwością równoczesnego oznaczania wielu pierwiastków, w dużym zakresie stężeń i stosunkowo krótkim czasie. Intensywność promieniowania emisyjnego o konkretnych długościach fal jest określana w układzie detektora. W urządzeniu ICP-OES można wyróżnić trzy zespoły: zespół wprowadzania i rozpylania próbki, system generowania plazmy oraz spektrometr z jednostką kontroli i oceny pracy urządzenia. Zadaniem zespołu wprowadzania próbki jest przekształcenie ciekłej próbki w aerozol i dostarczenie jej do palnika plazmowego. Zastosowanie gazowej, zwykle argonowej plazmy sprzężonej indukcyjnie pozwala na uzyskanie temperatury nawet 10 000 K (rys. 1.11). Rys. 1.11. Rozkład temperatur w obszarze płomienia argonowej plazmy indukcyjnie sprzężonej [2]
Tworzenie wolnych atomów i jonów następuje w obszarze plazmy – mieszaniny gazowej o znacznym stężeniu jonów dodatnich i elektronów o temperaturze 6 000–10 000 K – w którym próbka przebywa przez około 2 ms. Do wytworzenia plazmy stosuje się strumień gazu szlachetnego, który przepływa wewnątrz cewki zasilanej prądem wysokiej częstotliwości. W atomowej spektrometrii emisyjnej najczęściej stosuje się wzbudzenie indukcyjne plazmy, rzadziej plazmę prądu stałego DCP (ang. *Direct Current Plasma*), plazmę indukowaną mikrofalami MIP (ang. *Microwave Induced Plasma*) lub płomieniem.

Literatura

- [1] HGA 500 firmy PerkinElmer Wallac, <http://www.medwow.com/used-atomic-absorption/perkinelmer-wallac/hga-500/543900384.item>.
- [2] Kozak M., *Technika ablacji laserowej połączona ze spektrometrią mas plazmy indukcyjnie sprzężonej (LA ICP MS) i możliwości jej wykorzystania w analizie produktów naftowych*. Nafta-Gaz, nr 11, 2014, s. 810–816.

Normy

- [3] [N1] PN-EN 14627:2005P Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Oznaczanie całkowitej zawartości arsenu i seleniu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej z generacją wodorków (HGAAS) po mineralizacji ciśnieniowej.
- [4] [N2] PN-EN 1388-1:2000P Materiały i wyroby przeznaczone do kontaktu z produktami spożywczymi. Oznaczanie ołowiu i kadmu uwalnianego z wyrobów ceramicznych.
- [5] [N3] PN-EN 13805:2014-11E Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Mineralizacja ciśnieniowa.

- [6] [N4] PN-EN 15637:2008E Żywność pochodzenia roślinnego. Oznaczanie pozostałości pestycydów z zastosowaniem techniki LC-MS/MS, ekstrakcji metanolem i oczyszczaniem z ziemią okrzemkową.
- [7] [N5] PN-A-82055-19:2000P Mięso i przetwory mięsne. Badania mikrobiologiczne. Oznaczanie zanieczyszczenia mikrobiologicznego powierzchni urządzeń, sprzętów, pomieszczeń oraz opakowań i rąk pracowników.
- [8] [N6] PN-A-82055-19:2000P Mięso i przetwory mięsne. Badania mikrobiologiczne. Oznaczanie zanieczyszczenia mikrobiologicznego powierzchni urządzeń, sprzętów, pomieszczeń oraz opakowań i rąk pracowników.
- [9] [N7] PN-EN 12498:2006P Papier i tektura. Papier i tektura przeznaczone do kontaktu z żywnością. Oznaczanie kadmu i ołowiu w wyciągu wodnym.
- [10] [N8] PN-EN 645:1998P Papier i tektura przeznaczone do kontaktu z żywnością. Przygotowanie wyciągu wodnego na zimno.
- [11] [N9] PN-EN 647:1998P Papier i tektura przeznaczone do kontaktu z żywnością. Przygotowanie wyciągu wodnego na gorąco.
- [12] [N10] PN-EN 16802:2016E Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych i ich form chemicznych. Oznaczanie arsenu nieorganicznego w artykułach żywnościowych pochodzenia morskiego i roślinnego metodą anionowymiennej HPLC-ICP-MS.
- [13] [N11] PN-EN 15763:2010E Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Oznaczanie zawartości arsenu, kadmu, rtęci i ołowiu metodą spektrometrii mas z plazmą wzbudzoną indukcyjnie (ICP-MS) po mineralizacji ciśnieniowej.
- [14] [N12] PN-EN ISO 12857:2002P Artykuły żywnościowe. Oznaczanie zawartości cyklamianu. Metoda wysokosprawnej chromatografii cieczowej.
- [15] [N13] PN-EN 15764:2010E Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Oznaczanie zawartości cyny metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej oraz absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w piecu grafitowym (FAAS i GFAAS) po mineralizacji ciśnieniowej.
- [16] [N14] PN-EN 14083:2004P Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Oznaczanie zawartości ołowiu, kadmu, chromu i molibdenu metodą atomowej spektrometrii z atomizacją w piecu grafitowym (GFAAS) po mineralizacji ciśnieniowej.
- [17] [N15] PN-EN 14084:2004P Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych. Oznaczanie zawartości ołowiu, kadmu, cynku, miedzi i żelaza metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (AAS) po mineralizacji mikrofalowej.
- [18] [N16] PN-EN 13804:2013-06P Artykuły żywnościowe. Oznaczanie pierwiastków śladowych i ich form chemicznych. Uwagi ogólne i wymagania szczegółowe.
- [19] [N17] PN-EN 14082:2003P Artykuły żywnościowe. Oznaczenie pierwiastków śladowych, oznaczanie zawartości ołowiu, kadmu, cynku, miedzi, żelaza i chromu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (AAS) po mineralizacji suchej.
- [20] [N18] PN-EN 16943:2017-06E Artykuły żywnościowe. Oznaczanie wapnia, miedzi, żelaza, magnezu, manganu, fosforu, potasu, sodu, siarki i cynku metodą ICP-OES.

Fragment pochodzi z książki:

Badanie towarów spożywczych,

Ewa Kubińska-Jabcoń, Mariusz Niekurzak, Wiktor Kubiński,

Wydawnictwo Naukowe PWN

Reklama

**WAŻENIE
DOZOWANIE
PAKOWANIE**
kwartalnik techniczno-informacyjny

**Najlepsze źródło
wiedzy dla inżynierów
i specjalistów.**

Prenumeruj już dziś!

Napisz na adres: prenumerata@industrypublisher.com

Przepływ produktów na linii produkcyjnej w procesach zrobotyzowanego sortowania, pakowania i paletyzacji w dobie Przemysłu 4.0. Część 2

Wojciech Kaczmarek, Jarosław Panasiuk

1.4. Paletyzacja produktów – dobór robota i jego wyposażenia

Firmy produkujące roboty przemysłowe oferują – dedykowane procesowi paletyzacji – roboty cztero- i pięcioosiowe. W większości przypadków roboty czteroosiowe (rys. 47) są wystarczające (trzy główne osie robota umożliwiają dowolne przemieszczanie ładunku w przestrzeni kartezjańskiej – wzdłuż osi x , y , z), czwarta oś pozwala na zmianę orientacji ładunku wokół pionowej osi z). Czasami jednak, zwłaszcza przy paletyzacji ładunków o nieregularnych kształtach (np. worki), stosowane są roboty pięcioosiowe, które dodatkowo umożliwiają przechylenie ładunku, a tym samym pozwalają na ułożenie bardziej uporządkowanego, wyższego stosu. Analizując oferowane produkty, łatwo zauważyć, że roboty przeznaczone do paletyzacji ogólnie charakteryzują się m.in.:

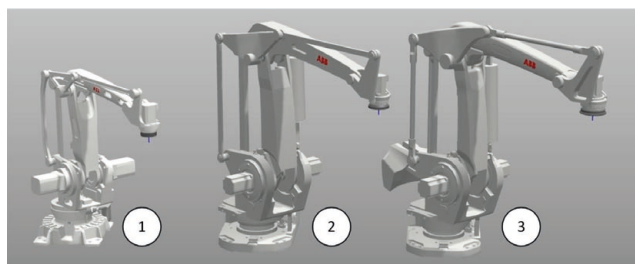
- relatywnie małą masą manipulatora w stosunku do udźwigu, ok. 800–2300 kg;
- dużym zakresem udźwigu, ok. 80–500 kg;
- dużym zasięgiem, ok. 2,5–3 m;
- krótkimi cyklami pracy, ok. 1500–2000 cykli/h (test 400/2000/400 mm);
- wysoką powtarzalnością, ok. 0,03–0,2 mm;
- stopniem ochrony IP67 (standardowo).

Roboty czteroosiowe przeznaczone do paletyzacji produktów cechują przede wszystkim bardzo duże udźwigi oraz duże przestrzenie robocze. Na rysunku 48 przedstawiono przestrzeń roboczą robota IRB 760.

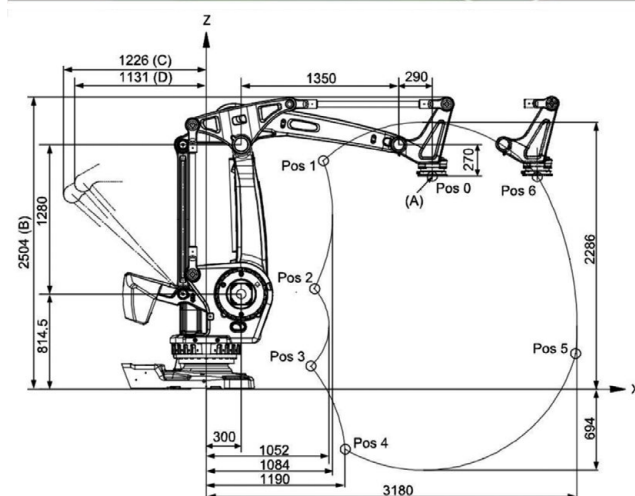
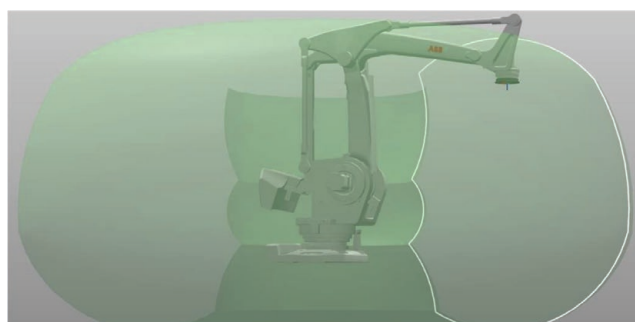
Z uwagi na duże gabaryty produktów roboty te muszą często być wyposażone w duże wielofunkcyjne chwytaki pozwalające nawet na realizację procesu paletyzacji przez układanie całych warstw na palecie (rys. 49).

Producenci do procesów paletyzacji oferują również roboty pięcioosiowe, choć stanowią one niewielką grupę (rys. 50). Charakteryzują się one pięcioma osiami typu obrotowego, a do ich zalet można zaliczyć: dużą przestrzeń roboczą, szybkie ruchy oraz możliwość instalacji na podłodze, ścianie, suficie i pod kątem.

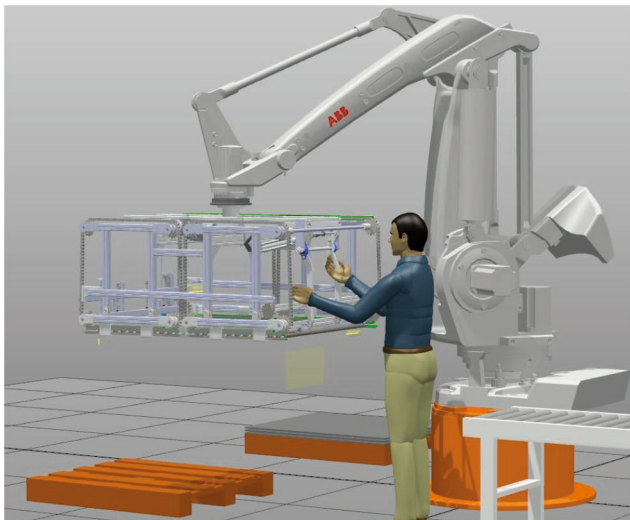
Na rysunku 51 przedstawiono kształt przestrzeni roboczej typowego robota pięcioosiowego. Jak widać, roboty tego typu cechuje przestrzeń o kształcie sfery. Dzięki temu są one bardzo elastyczne i znajdują zastosowanie nie tylko



↑ Rys. 47. Roboty czteroosiowe w ofercie firmy ABB; 1 – IRB 460 o udźwigu 110 kg i zasięgu 2,4 m, 2 – IRB 660 o udźwigu 180,280 kg i zasięgu 3,15 m, 3 – IRB 660 o udźwigu 445,450 kg i zasięgu 3,18 m



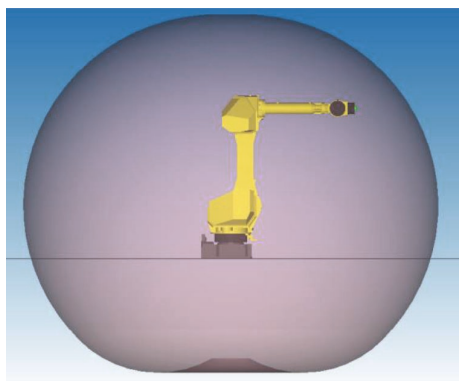
↑ Rys. 48. Robot IRB 760 firmy ABB; A – środek flanszy robota, B – maksymalny zakres roboczy (2504 mm) w pionie, C – stop mechaniczny (1228 mm), D – maksymalny zakres roboczy (1131 mm) poziomo



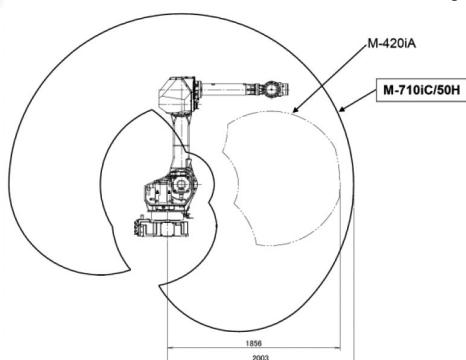
↑ **Rys. 49.** Robot IRB 760 wyposażony w trójfunkcyjny chwytak roletowy, który umożliwia pobieranie pełnych warstw produktów, przekładek oraz palet



← **Rys. 50.**
Robot
pięcioosiowy
M-710iC/50H
firmy FANUC
na stanowisku
roboczym [124]



← **Rys. 51.**
Pięcioosiowy robot przegubowy i jego przestrzeń robocza na przykładzie robota M-710iC/50H [124]



na stanowiskach do paletyzacji, ale również w innych aplikacjach (np. montażu czy obsłudze maszyn). Na stanowiskach do paletyzacji i pakowania są one stosowane, gdy konieczne jest odchylenie paletyzowanego produktu o nieregularnych kształtach, na przykład worków (ich zastosowanie pozwala na ułożenie wyższych i bardziej stabilnych stosów niż ma to miejsce w przypadku użycia robotów czteroosiowych).

Podstawowe cechy robotów pięcioosiowych:

- 5 osi typu obrotowego;
- prędkość do 4 m/s;
- udźwieg 50 kg;
- powtarzalność $\pm 0,15$ mm;
- masa 540 kg.

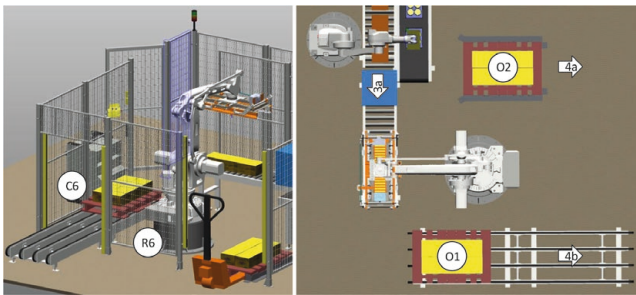
1.5. Paletyzacja produktów – konfiguracja stacji

Paletyzacja produktów może stanowić wąskie gardło w fabryce, ponieważ wszystkie wytwarzane w niej produkty muszą przejść przez stanowisko paletyzacji, zanim zostaną dostarczone do klienta. Stanowisko do paletyzacji często musi obsługiwać szeroką gamę produktów, które są kierowane do magazynów lub innych miejsc składowania. Produktami (z punktu widzenia paletyzacji) są najczęściej różnego typu kartony, ciasno i stabilnie układane na paletach [55, 125].

Aplikacje do paletyzacji produktów ograniczają się w dużej mierze do pobierania obiektów charakteryzujących się dużymi gabarytami z określonej (stałej) pozycji i ustawienie ich w ciasny stos w innej (stałej) pozycji. Najważniejszym parametrem paletyzacji jest czas pracy robota, w którym musi on ułożyć stos wymaganej wysokości (zajmując przy tym jak najmniejszą przestrzeń).

Konfiguracja stanowiska do paletyzacji może przyjmować różne formy – od podstawowej, w której robot zastępuje człowieka jedynie przy przenoszeniu produktu z linii na paletę, do całkowicie zautomatyzowanej, w której zabezpieczona folią paleta jest gotowa do transportu (rys. 52), dlatego też wyposażenie robota może być różne. Na nowoczesnych, w pełni zautomatyzowanych stanowiskach do zadań robota należy:

- przenoszenie produktów z linii na paletę zgodnie z algorytmem paletyzacji;
- przenoszenie po jednym produkcie lub po kilka produktów jednocześnie;
- układanie warstw parzystych i nieparzystych (najczęściej przy wykorzystaniu obrotu produktów o 90° lub tworzeniu odbicia lustrzanego warstwy);
- maksymalne wykorzystanie powierzchni palety;
- odpowiednie zorientowanie produktów do celów logistycznych (widoczne logo, kody kreskowe itp.);
- układanie przekładek między warstwami (opcjonalnie, w celu zabezpieczenia poszczególnych warstw);
- sprawdzanie wysokości stosu palet w magazynie (opcjonalnie, przy pobieraniu palet z magazynu palet);
- przenoszenie palet z magazynu na stanowisko (opcjonalnie, w przypadku braku systemu dosyłania palet w sposób ręczny, podajnikiem lub przy użyciu zautomatyzowanych pojazdów autonomicznych (ang. *Automated Guided Vehicles* – AGV);



↑ **Rys. 52.** Stacja paletyzacji w środowisku RobotStudio firmy ABB; R6 – robot IRB460, C6 – kontroler IRC5 z panelem nauczania (FlexPendantem), O1, O2 – stanowiska palet, 3a – transporter dosyłający produkty, 4a – kierunek obsługi palety, 4b – transporter wyjściowy

- rozpoznawanie kodów kreskowych (opcjonalnie, np. w przypadku paletyzacji różnych produktów).

Uniwersalność manipulatorów robotów przemysłowych pozwala na wyposażanie ich w rozbudowane, wielofunkcyjne chwytaki umożliwiające wykonywanie kilku różnych operacji (m.in. przenoszenie produktów, przekładki, palet). W przypadku realizacji wymienionych wyżej zadań opcjonalnych podczas procesu paletyzacji konieczne jest wyposażenie robotów w dodatkowe oprzyrządowanie. Przykładem jest wyposażenie robota w czujnik do pomiaru wysokości stosu palet (np. w chwytaku) dla aplikacji wymagającej przenoszenia palet z magazynu do stacji. Wówczas robot automatycznie będzie wykonywał pomiar wysokości stosu palet (np. zawsze po podstawieniu nowego stosu palet) oraz śledził wysokość stosu podczas realizacji procesu.

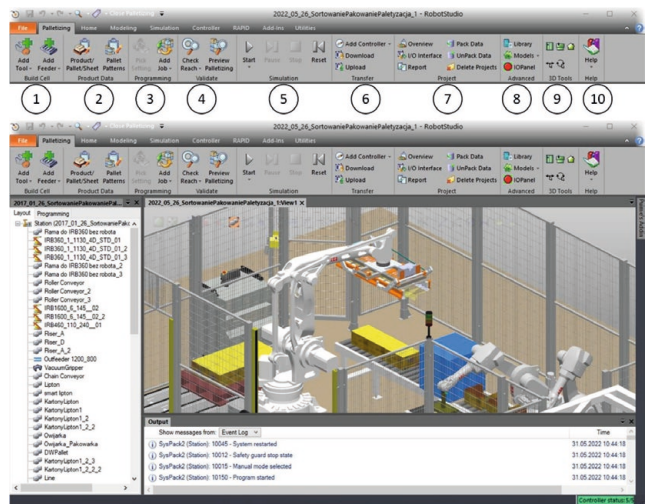
Specjaliści z zakresu automatyki przemysłowej do zalet zautomatyzowanej paletyzacji zaliczają:

- automatyczną pracę 24 h na dobę;
- zwiększenie bezpieczeństwa;
- dużą powtarzalność i stałe tempo pracy;
- wysoką wydajność i niezawodność;
- optymalizację kosztów produkcji;
- relatywnie małą przestrzeń zajmowaną przez stanowiska do paletyzacji.

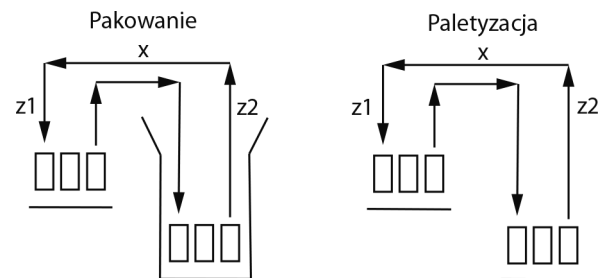
Zainteresowanie robotyzacją stanowisk do paletyzacji jest na tyle duże, że producenci robotów proponują moduły wspierające tworzenie takich stacji w trybie off-line (np. ABB pakiet Palletizing PowerPac dla środowiska RobotStudio – rys. 53).

Jak widać na rysunku 54, podobieństwa i różnice procesów pakowania i paletyzacji są następujące:

- podobieństwa:
 - konieczność pobierania i odkładania produktów,
 - typowy proces wymaga użycia robota 4-osiowego.
- różnice:
 - typowo różne gabaryty produktów,
 - zazwyczaj różne masy produktów,
 - w pakowaniu częściej stosowane są roboty sześcioksiowe z uwagi na dodatkowe operacje manipulacyjne,



↑ **Rys. 53.** Ogólny widok okna programu RobotStudio z pakietem Palletizing PowerPac; 1 – moduł dodawania narzędzi transportów, 2 – moduł tworzenia i modyfikacji produktów oraz wzorców paletyzacji, 3 – moduł definiowania zasad pobierania produktów oraz tworzenia tzw. job, 4 – moduł walidacji zasięgów i podglądu, 5 – moduł symulacji, 6 – moduł komunikacji on-line z kontrolerem, 7 – moduł zarządzania projektem, 8 – funkcje zaawansowanych (m.in.: bibliotek narzędzi, paneli wejścia/wyjścia), 9 – moduł widoków stacji, 10 – moduł pomocy



↑ **Rys. 54.** Podobieństwa i różnice procesów pakowania i paletyzacji

- często głębokość kontenera (opakowania) w aplikacjach pakowania jest dużo większa,
- w procesach paletyzacji nie ma ścian opakowania ograniczającego przestrzeń załadunkową.

1.6. Paletyzacja produktów – szablony paletyzacji

Przystępując do wyboru szablonu układania produktów na palecie, należy wziąć pod uwagę wiele czynników, m.in.:

- dopuszczalny nacisk wywierany przez paletyzowane opakowania względem siebie (zapobieganie zgnieceniu dolnych warstw przez górne);
- nośność jednostki ładunkowej;
- środek ciężkości palety;
- gabaryty palety – towar po utworzeniu stosu nie może wystawać poza obrys palety;

- maksymalną wysokość palety z towarem (zazwyczaj 1800 mm);
- maksymalne wykorzystanie powierzchni palety.

Najczęściej stosowanymi szablonami paletyzacji są (rys. 55):

- na zakładkę,
- z wykorzystaniem przekładek,
- w formie studnia.

Najczęściej jest wykonywane paletyzowanie na zakładkę, co oznacza układanie w dwóch różnych warstwach: parzystej i nieparzystej [55]. Warstwy te są układane naprzemiennie w celu zwiększenia stabilności ładunku podczas transportu. Krawędzie paletyzowanych kartonów nie pokrywają się ze sobą w sąsiadujących warstwach, co zapobiega uszkodzeniu towaru. Metoda ta nie powinna być stosowana do produktów wymagających cyrkulacji powietrza między opakowaniami (np. w odniesieniu do produktów spożywczych o krótkim okresie przydatności).

Kolejnym typem jest paletyzacja z przekładkami. Stosuje się ją w odniesieniu do produktów o małej wytrzymałości lub w przypadku problemów z uzyskaniem stabilnego stosu (i stabilnej całej palety). Użycie przekładek między poszczególnymi warstwami wzmacnia i stabilizuje stos oraz zapobiega odkształcaniu się opakowań. Należy jednak zwrócić uwagę na to, że proces staje się bardziej złożony z powodu konieczności:

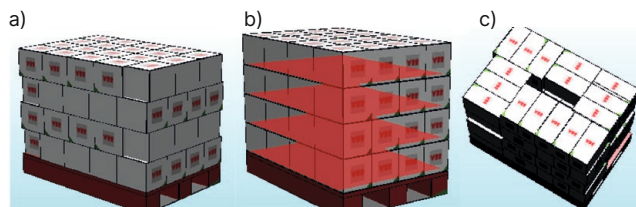
- rozbudowy stanowiska o przestrzeń dla palety z przekładkami (zwiększenie gabarytów stanowiska);
- modyfikacji programu paletyzacji ze względu na konieczność dostarczania palety z przekładkami do stanowiska oraz odbierania pustej palety po przekładkach ze stanowiska;
- wydłużenia cyklu pracy stanowiska z uwagi na dodatkowe zadania robota (obsługa palety z przekładkami);
- zwiększenie funkcjonalności chwytaka (konieczna jego rozbudowa o możliwość chwytania przekładek).

Ostatnim sposobem paletyzacji jest tzw. studnia. Taki sposób ułożenia jest stosowany w transporcie produktów wymagających swobodnego dostępu powietrza (zwłaszcza podczas transportu i magazynowania).

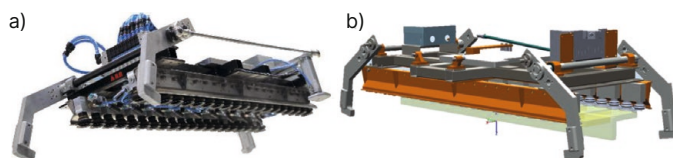
Często, z uwagi na oczekiwania odbiorców, stosuje się metodę mieszaną polegającą na paletyzacji wielu rodzajów produktów na jednej palecie. Dzięki temu odbiorca otrzymuje dokładnie tyle towarów, ile aktualnie potrzebuje. Polega to na przeplataniu warstw z różnymi produktami, o różnych gabarytach, do czego potrzebne są przekładki tekturowe, owijarki, a nawet pasy ściągające.

2. Paletyzacja produktów – system chwytakowy

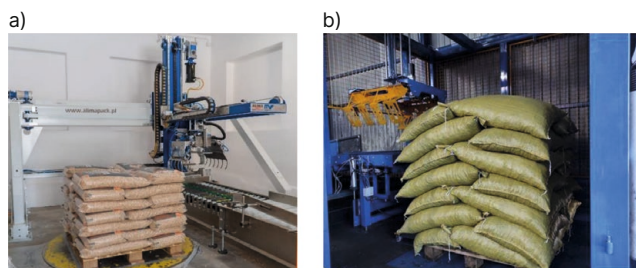
W instalowanych aplikacjach ważna jest wydajność całego stanowiska, którą można zwiększyć, stosując chwytaki wielosekcyjne z dodatkową funkcjonalnością. Wówczas robot pobiera z podajnika kilka gotowych produktów, po czym odkłada je na stosie palety. Przykładem jest chwytak FlexGripper–Vacuum firmy ABB przedstawiony na rysunku 56. Chwytak ten składa się z kilku sekcji, dzięki czemu pobiera i odkłada produkty w różnych konfiguracjach.



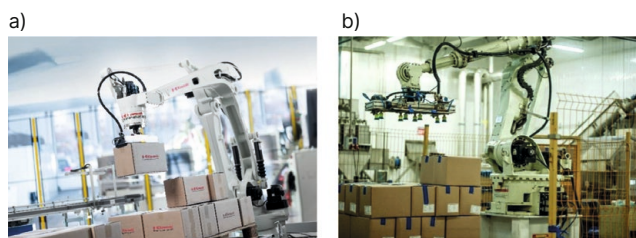
↑ Rys. 55. Typy paletyzacji: a) na zakładkę, b) z przekładkami, c) studnia



↑ Rys. 56. Chwytak podciśnieniowy FlexGripper–Vacuum firmy ABB o udźwigu 40 kg: a) rzeczywisty chwytak, b) model CAD w programie RobotStudio



↑ Rys. 57. Paletyzacja produktów pakowanych w workach układanych na palecie: a) stanowisko do paletyzacji w studnię o regularnych rozmiarach firmy ALIMAPACK, b) stanowisko do paletyzacji w stos o nieregularnych rozmiarach firmy NOVECTRO [126, 127]



↑ Rys. 58. Paletyzacja produktów pakowanych w kartonach [128]

Trend rozwojowy systemów chwytakowych napędzany jest szeroką gamą rodzajów paletyzowanych produktów i ich opakowań o różnych gabarytach i kształtach. W odniesieniu do rodzaju produktów wyróżnia się paletyzację produktów jednostkowych, np. zapakowanych w worki (rys. 57), oraz paletyzację opakowań zbiorczych, np. kartonów (rys. 58). Szczególnym przypadkiem jest proces paletyzacji całych warstw produktów (zazwyczaj o wymiarach 1200 × 800 × 100 mm). W tym przypadku często spotykamy produktami są skrzynki, zgrzewki, kartony (rys. 59)

System chwytakowy jest kluczowym elementem zrobotyzowanego procesu paletyzacji pracującym w bezpośrednim kontakcie z produktem. Zwykle musi być on dedykowany do konkretnego produktu, jednak coraz częściej wymaga się możliwości parametryzacji chwytaka, tak aby był jak najbardziej uniwersalny. Jeśli chodzi jednak o konstrukcję samych chwytaków, to ich rozwiązania obejmują kilka grup wynikających z rodzaju towaru, który ma być paletyzowany. Wiąże się to nierozdzielnie ze sposobem chwytu i charakterystyką paletyzowanych towarów. Chwytaaki są dzielone z uwagi na różnego typu kryteria. Kryteriami tymi mogą być na przykład: wyposażenie dodatkowe, liczba palców i stawów, liczba stopni swobody, rodzaj napędu.

Często chwytaki dzieli się na:

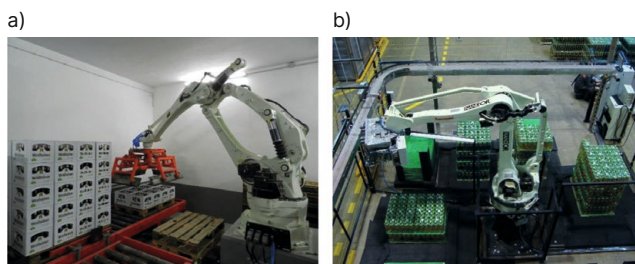
- siłowe – chwytają obiekt, wywierając na niego odpowiednią siłę;
- kształtowe – chwytają obiekt, tworząc połączenia między elementami chwytynymi i obiektem;
- siłowo-kształtowe – są połączeniem obu powyższych.

Konstruowane rozwiązania są patentowane w bazach światowych i krajowych [129–132]. W związku z tym na etapie doboru systemu chwytakowego stawia się szereg wymagań, które musi on spełnić. Chwytaaki do paletyzacji powinny:

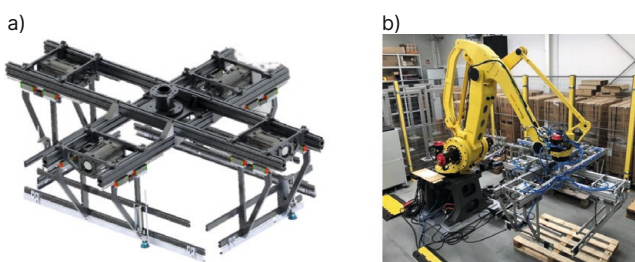
- pewnie i poprawnie chwytać produkt;
- zapewnić wstępne uformowanie produktu/warstwy;
- wyeliminować możliwość wzajemnego przemieszczania się produktów podczas przenoszenia;
- uniemożliwić wysunięcie produktu z warstwy;
- mieć jak najmniejszą masę i gabaryty;
- umożliwiać szybką implementację i uruchomienie procesu paletyzacji.

Paletyzacja towarów zarówno pakowanych zbiorczo, jak i pakowanych jednostkowo wymaga zastosowania rozwiązań, które zagwarantują prawidłowe chwycenie i wstępne uformowanie warstwy. W przypadku produktów pakowanych w kartony bądź zgrzewki wspomniana funkcjonalność może być zrealizowana przez zastosowanie chwytaków czteroszczękowych. Przykład takiego rozwiązania przedstawiono na rysunku 59. Jest to konstrukcja modułowa umożliwiająca rozbudowę chwytaka, wymienność elementów konstrukcyjnych i sterowania. Napęd szczęk chwytaka stanowią cztery siłowniki pneumatyczne tworzące dwie niezależne sekcje (łącznie naprzeciwległe siłowniki) jak przedstawiono na rysunku 61. Zaproponowane rozwiązanie umożliwia ręczną zmianę rozstawu sekcji o maksymalnie 200 mm. Spośród rozważonych trzech wariantów przekazywania siły z siłownika pneumatycznego na szczęki chwytaka (rys. 62) rozwiązanie uwzględnia wariant przedstawiony na rysunku 62 a zapewniający optymalną wydajność chwytaka oraz zwartość konstrukcji.

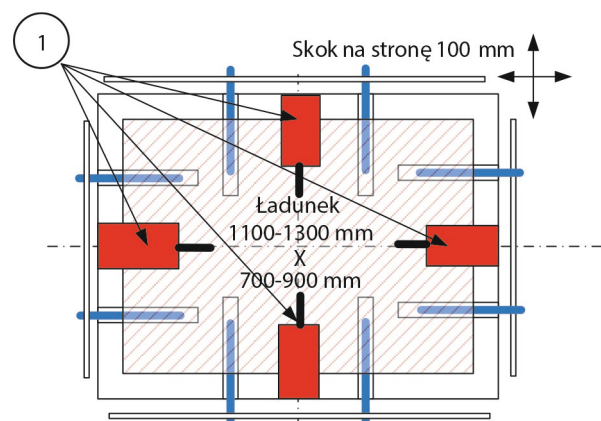
Podstawowym zadaniem chwytaka jest obsługa warstw produktów typu duże kartony (np. ze środkami czystości), zgrzewki lub skrzynki z napojami. Odłożenie produktów jest realizowane bezpośrednio nad paletą lub wcześniej ułożoną warstwą przez odłożenie warstwy i otworzenie szczęk chwytaka. Dodatkową funkcjonalnością wprowadzoną do



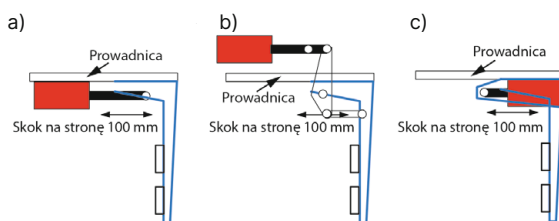
↑ Rys. 59. Paletyzacja warstw produktów: a) skrzyń, b) zgrzewek z napojami [128]



↑ Rys. 60. Chwytaak siłowy czteroszczękowy: a) model CAD, b) chwytak zamocowany na robocie



↑ Rys. 61. Rysunek koncepcyjny chwytaka szczękowego; 1 – siłowniki pneumatyczne



↑ Rys. 62. Warianty przekazania siły z siłownika na szczęki chwytaka

przedstawionej konstrukcji jest możliwość układania na warstwach kartonowych przekładek za pomocą modułów z przysawkami podciśnieniowymi oraz pobierania i przenoszenia palet EURO.

Główne parametry chwytaka:

- obsługa warstw palet 1200×800 mm; chwytak powinien być skalowalny, z możliwością przeskalowania do obsługi warstw o wymiarach 1200×1000 mm, 1200×1200 mm oraz od 1100×700 mm do 1300×900 mm;
- masa chwytaka nie powinna przekraczać 130 kg;
- ładowność chwytaka powinna umożliwiać przenoszenie warstwy o masie do 180 kg.

Paletyzacja warstwy słoików lub puszek wymaga zastosowania chwytaka, który daje możliwość zabezpieczenia pobranych produktów przed wzajemnym przemieszczaniem się podczas ruchu robota oraz eliminuje możliwość upuszczenia pojedynczego produktu podczas procesu. Rozwiązaniem, które gwarantuje prawidłowy proces paletyzacji, są systemy chwytakowe wykorzystujące rolety zbudowane z rolek – stąd także wywodzi się nazwa tego typu chwytaków nazywanych roletowymi. Przykładowe rozwiązanie chwytaka roletowego przedstawiono na rysunku 62. Umożliwia on pobieranie i przenoszenie warstw produktów takich jak małe kartony (np. z herbatą), słoiki lub puszki (pakowane pojedynczo lub zbiorczo). Konstrukcja chwytaka jest częściowo wspólna z chwytakiem ściskowym czteroszczękowym. Modułami wspólnymi są rama nośna i adapter mocujący do flanszy robota. Konstrukcja chwytaka roletowego umożliwia oprócz tego montaż modułów ściskających z chwytaka ściskowego, dając tym samym możliwość doformowania przenoszonej warstwy produktów.

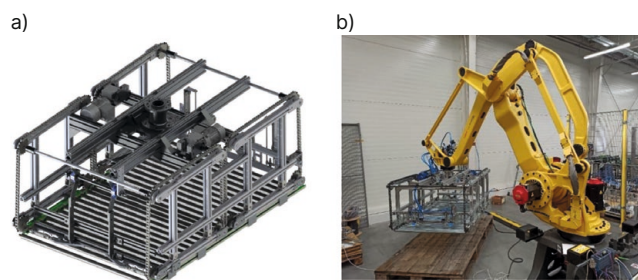
Chwytak przy użyciu rolety wykonanej z rolek pobiera warstwę produktów i układa ją na palecie (warstwami). Ponadto układa papierowe/kartonowe przekładki na palecie oraz dodatkowo ma możliwość rozbudowy o uchwyt do chwytania i przenoszenia palet.

Główne parametry chwytaka:

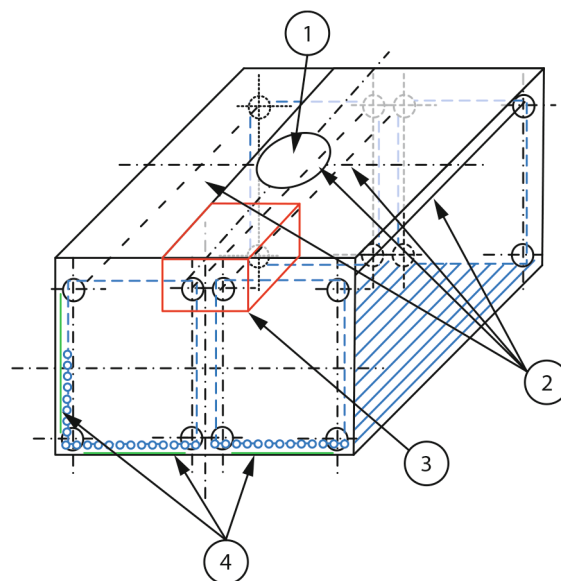
- obsługa warstw palet $1200 \text{ mm} \times 800 \text{ mm}$; chwytak powinien być skalowalny z możliwością przeskalowania do obsługi warstw o wymiarach 1200×1000 mm, 1200×1200 mm oraz od 1100×700 mm do 1300×900 mm; masa chwytaka nie powinna przekraczać 205 kg;
- ładowność chwytaka powinna umożliwiać przenoszenie warstwy o masie do 100 kg.

Boczne prowadnice wewnątrz chwytaka (kształtujące warstwę produktów) oraz przednia klapę dociskową, która dopycha warstwę produktów do tylnej bariery oporowej, gwarantują zabezpieczenie produktów przed przemieszczaniem się podczas ruchu. Odłożenie produktów realizowane jest bezpośrednio nad paletą lub poprzednio ułożoną warstwą przez rozsunięcie rolety. Dodatkową funkcjonalnością chwytaka jest możliwość pobierania i układania kartonowych przekładek za pomocą modułów z przyssawkami podciśnieniowymi oraz możliwość pobierania i odkładania palet EURO.

Ramę nośną zaprojektowano na wzór podwójnego krzyża skręcanego z lekkich, ale sztywnych profili aluminiowych ITEM 40x80 w wersji lekkiej. Wymiary ramy dobrano tak, aby umożliwić chwytanie największej warstwy produktów o wymiarach 1300×800 mm. Dobór długości profili nośnych



↑ Rys. 63. Chwytak roletowy: a) model CAD, b) zamocowany na robocie



↑ Rys. 64. Rysunek koncepcyjny chwytaka roletowego; 1 – miejsce montażu, 2 – osie sprzęgające końce rolet, 3 – napęd niezależnych łańcuchów, 4 – prowadnice łańcucha

daje możliwość rozbudowy chwytaka do obsługi większych warstw produktów.

Mając na uwadze maksymalny rozmiar ładunku, który ma przenosić chwytak, oraz założenie dotyczące sposobu napędzania rolek, i sposobu odkładania towaru, w przedstawionym rozwiązaniu założono konstrukcję wykorzystującą zestaw dwóch rolet napędzanych niezależnie. Na rysunku 64 przedstawiono ogólną koncepcję chwytaka roletowego z zaznaczonymi głównymi elementami. Chwytak montowany jest do flanszy robota w punkcie montażowym (rys. 64).

W celu pobrania warstwy produktów układ sterowania chwytakiem zamyka za pomocą łańcuchów (rys. 64–2) dwie sekcje rolkowe (rys. 64–4). Przenośnik roletowy wsuwa warstwę produktów do wnętrza chwytaka, a bariery formujące oraz docisk pneumatyczny odpowiadają za poprawne jej pozycjonowanie. W miejscu odłożenia sekcje rolkowe zostają otwarte, a produkt – odłożony na miejsce składowania.

Jako element nośny warstwy produktów zaprojektowano dwie rolety rolkowe (rys. 65 a), które poruszają się wzdłuż dłuższego boku palety, a przy zamkniętym chwytaku zbiegają

się na jej środku. Układ napędowy rolet stanowią dwa symetryczne moduły łańcuchowe będące ścianami chwytaka. Jako element ruchomy zastosowano łańcuch modułowy ISO 12B-1 firmy TSUBAKI, który umożliwia konfigurację odcinka łańcucha według potrzeb. Tym samym łańcuch częściowo zbudowany jest ze standardowych ogniw, a częściowo z ogniw ze specjalną płytką mocującą trzpień rolki.

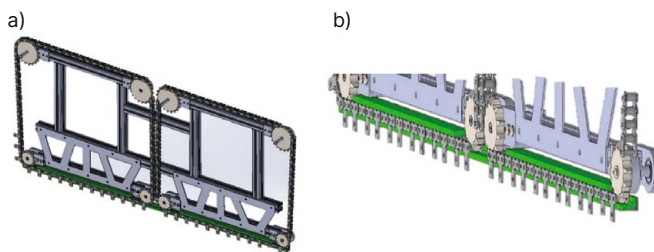
Bieg łańcucha kształtowany jest za pomocą modułów z osadzonymi kołami łańcuchowymi. Elementem nośnym modułu jest lekki profil aluminiowy ITEM 40×40. Długość modułów dobrana jest do obsługi największej warstwy produktów. Przez zmianę długości profilu nośnego oraz łańcucha istnieje możliwość rozbudowy chwytaka do obsługi większych warstw produktów.

Łańcuch porusza się w prowadnicy (rys. 65 b) wykonanej z trwałego materiału o bardzo małym współczynniku tarcia. Dzięki temu obciążenie pochodzące od ładunku nie przenoszone na łańcuch i koła łańcuchowe, ale na prowadnicę i konstrukcję nośną chwytaka. Moduły łańcuchowe przykręcane są do ramy nośnej chwytaka oraz połączone rolkami. przenoszenia warstw produktów o wymaganych gabarytach i wadze dobrano rolki stalowe firmy INTERROL serii 1200 o średnicy 30 mm i nośności max. 120 N.

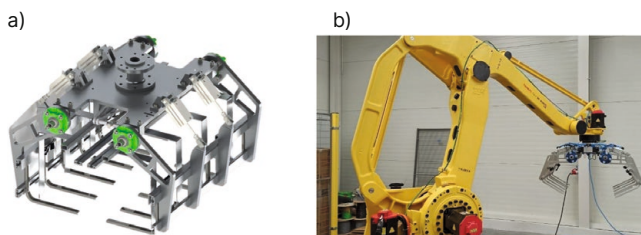
Zaproponowana koncepcja chwytaka narzuca specjalne wymagania na punkt odbioru towarów z linii produkcyjnej. Podczas projektowania punktu odbioru warstwy produktów należy uwzględnić podajnik taśmowy, na który odkładany jest chwytak w taki sposób, taśma dotykając rolki napędzała je umożliwiając tym samym dojazd warstwy produktów bandy pozycjonującej.

Rozpatrując proces paletyzacji produktów kruchych lub w opakowaniach workowych należy wziąć pod uwagę fakt, że nie mogą być one bezpośrednio ściskane. W tym przypadku nie stosuje się rozwiązań systemów chwytakowych, wykorzystujących chwyt siłowy, ponieważ mógłby on uszkodzić lub zdeformować przenoszone produkty (np. w przypadku worków ryzyko powstania niestabilnych stosów na palecie). Specyfika wyżej wspomnianych produktów narzuca konieczność zastosowania systemów chwytakowych bazujących na chwycie b) kształtowym lub siłowo-kształtowym. Przykład chwytaka do paletyzacji produktów pakowanych w worki przedstawiono na rysunku 66.

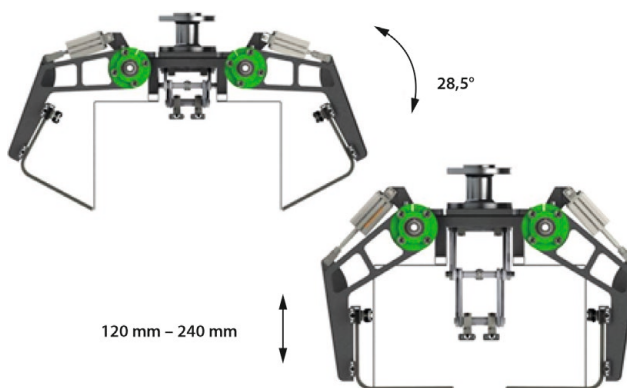
Chwytak składa się z dwóch szczęk wyposażonych w pręty nośne. Szczęki napędzane są siłownikami pneumatycznymi, których stała pozycja określa stały kąt rozwarcia. W rozwiązaniu zakłada się promieniowy ruch szczęk chwytaka wymuszany czterema siłownikami pneumatycznymi. Szczęki osadzone są poprzez łożyska na wałkach liniowych. Sterowanie chwytakiem jest realizowane na zasadzie otwarty/zamknięty. Za pomocą wsporników krańcowych do płyty przymocowane są wałki liniowe. Konstrukcja płyty nośnej umożliwia łatwe i szybkie przymocowanie do flanszy robota. Jako materiał wybrano aluminium, które spełnia wymagania techniczne stawiane projektowanym chwytakom. Koncepcja przyjęta w prezentowanym chwytaku umożliwia wymienną konstrukcyjnych i sterowania. Parametry



↑ Rys. 65. Widok: a) pojedynczego modułu łańcuchowego, b) prowadnicy łańcucha



↑ Rys. 66. Chwytak do paletyzacji worków: a) model CAD, b) zamocowany na robocie



↑ Rys. 67. Chwytak do paletyzacji worków – zakres kąta rozwarcia oraz zakres przestrzeni ładunkowej

chwytaka: kąt rozwarcia szczęk i przestrzeń ładunkową, przedstawiono na rysunku 67.

Główne parametry chwytaka:

- obsługa worków: 1 × 20–25 kg, 2 × 20–25 kg, 1 × 50 kg;
- masa chwytaka nie powinna przekraczać 55 kg;
- ładowność chwytaka powinna umożliwiać przenoszenie worków o masie całkowitej do 50 kg.

Chwytak do paletyzacji worków jest wyposażony w dwie symetryczne szczęki połączone z płytą nośną poprzez łożyska samonastawne i siłowniki napędowe. Elementy konstrukcyjne szczęk zostały wycięte na ploterze laserowym z płyt aluminiowych, a następnie sfrezowane. Każda ze szczęk jest zaopatrzona w aluminiowe listwy prowadzące pręty nośne. Dzięki zastosowaniu listew z rowkiem prowadzącym istnieje możliwość regulacji rozstawu prętów w zależności od

rozstawu rolek na podajniku rolkowym w punkcie odbioru. Liczbę prętów w szczęce można zmieniać w zależności od masy przenoszonego worka. Widok szczęki przedstawiono na rysunku 68 a.

Aluminiowe pręty nośne uformowano z płaskownika aluminiowego przez gięcie na prasie krawędziowej, a ich końcówki zatępiono. Listwa z dźwigniami mimośrodowymi pozwala na jednoznaczne ustalenie prętów nośnych w prowadnicach chwytaka (rys. 68).

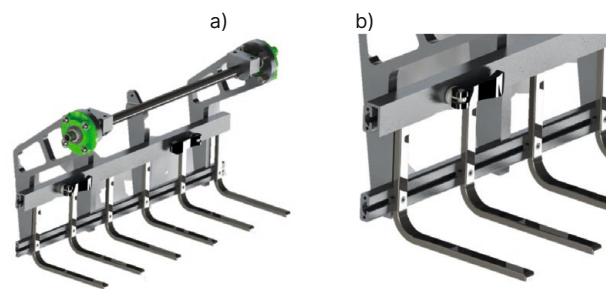
W przypadku paletyzacji opakowań zawierających elementy kruche wykorzystanie chwytaka ściskowo-kształtowego mogłoby spowodować uszkodzenie paletyzowanego towaru. Tego typu zadania wymagają zastosowania chwytaków, których właściwości chwytne są oparte wyłącznie na chwycie kształtowym. Przykład takiego rozwiązania przedstawiono na rysunku 69. Chwytaki tego typu ze względu na zasadę odkładania produktów nazywane są chwytakami grabiowymi. Przedstawiony chwytak jest konstrukcją modułową, która umożliwia pobieranie produktów z podajnika rolkowego, w tym też worków, i układanie ich na palecie. Rozwiązanie zakłada pryzmatyczny ruch szczęki chwytaka wymuszony siłownikiem pneumatycznym. Zaproponowana koncepcja umożliwia wymienną konstrukcyjną i sterowania z chwytakiem workowym. W chwytaku grabiowym jako szczęka nieruchoma wykorzystywana jest jedna ze szczęk chwytaka workowego. Siłowniki napędowe szczęki zastąpiono ciągnami, które unieruchamiają szczękę, nadając jej sztywność i eliminując bezwładność oraz ściśnięcie powietrza w siłowniku wywołaną obciążeniem workiem. Zasadę pracy chwytaka grabiowego przedstawiono na rysunku 70.

Główne parametry chwytaka grabiowego:

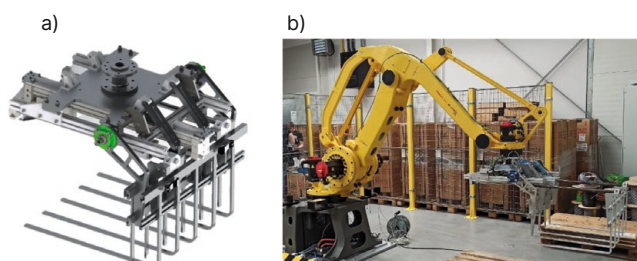
- obsługa kartonów i worków o szerokości do 800 mm;
- masa chwytaka nie powinna przekraczać 55 kg;
- ładowność chwytaka powinna umożliwiać przenoszenie produktów o masie do 60 kg.

Metalowe pręty szczęki nieruchomej (rys. 71 a) zaprojektowano jako proste, wycinane na ploterze laserowym. Dzięki zastosowaniu listew z rowkiem prowadzącym istnieje możliwość regulacji rozstawu prętów w zależności od rozstawu rolek na podajniku roletowym w punkcie odbioru. Liczbę prętów w szczęce można zmieniać w zależności od potrzeb. Moduł szczęki ruchomej (rys. 71 b) składa się z ramy zbudowanej z lekkich profili systemowych ITEM 40×40. Rama jest nośnikiem dla liniowego siłownika napędowego oraz układu łożyskowego. Do ramy przykręcony jest zestaw mocowań umożliwiający szybkie i łatwe połączenie z płytą nośną chwytaka.

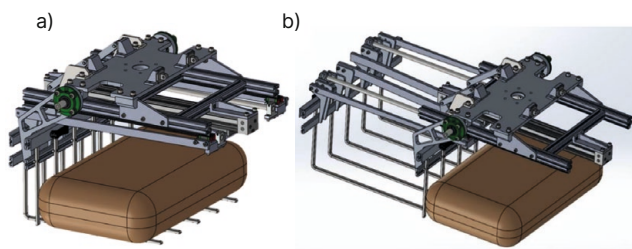
W module szczęki ruchomej zastosowano zdublowane układy łożyskowe – łożyskowanie na prowadnicy szynowej i wózkach HIWIN oraz na wałkach liniowych i łożyskach liniowych. W przypadku prowadnicy wózkowej ruchomym elementem jest wózek, w przypadku wałka i łożyska liniowego – wałek. W takim rozwiązaniu są dwa oddalone od siebie punkty podparcia ruchomych grabi, równo oddalone od środka ciężkości worka. Dzięki temu układ będzie



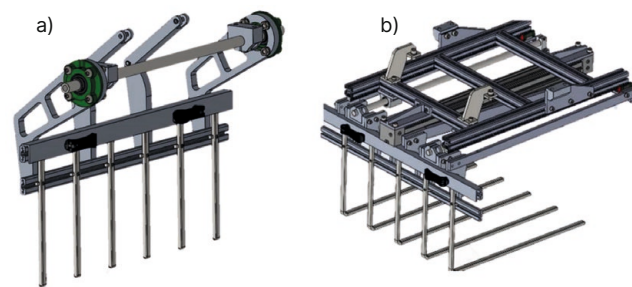
↑ Rys. 68. a) Szczęka chwytaka, b) układ regulacji rozstawu palców



↑ Rys. 69. Chwytak grabiowy do paletyzacji opakowań z produktami kruchymi: a) widok chwytaka, b) chwytak zamocowany na robocie



↑ Rys. 70. Chwytak grabiowy: a) pozycja zamknięta, b) pozycja otwarta



↑ Rys. 71. Widok modułu: a) szczęki nieruchomej i b) szczęki ruchomej

charakteryzował się dużą sztywnością. W module szczęki ruchomej zastosowano stalowe pręty nośne, które zaprojektowano jako gięte na prasie krawędziowej z płaskownika stalowego (analogicznie jak w chwytaku workowym).

Z uwagi na znaczną zmianę gabarytów chwytaka podczas pracy założono wyposażenie go w czujnik wykrywający potencjalne kolizje, które mogą wystąpić podczas otwierania chwytaka.

Integrując chwytak z robotem, należy wprowadzić do programu robota parametry chwytaka, takie jak masa czy momenty bezwładności. Dla przedstawionych wyżej chwytaków parametry te pozyskano na podstawie ich modeli CAD opracowanych w środowisku SOLIDWORKS. Wyznaczono też położenie środka masy względem układu bazowego umieszczonego na flanszy robota. Momenty bezwładności odczytywane są z symetrycznej macierzy momentu bezwładności – tensora bezwładności w postaci:

$$I = \begin{bmatrix} I_{xx} & I_{xy} & I_{xz} \\ I_{yx} & I_{yy} & I_{yz} \\ I_{zx} & I_{zy} & I_{zz} \end{bmatrix} \quad (16)$$

gdzie I_{xx} , I_{yy} , I_{zz} są momentami głównymi względem osi x , y , z układu współrzędnych o początku umieszczonym w środku masy modelu, a pozostałe elementy tensora są momentami dewiacji.

Wartości momentów obliczane są automatycznie na podstawie geometrii modelu dla dyskretnego rozkładu masy na podstawie wzorów:

- dla momentów głównych

$$I_{xx} = \sum_k m_k (y_k^2 + z_k^2), I_{yy} = \sum_k m_k (z_k^2 + x_k^2), I_{zz} = \sum_k m_k (x_k^2 + y_k^2) \quad (17)$$

- dla momentów dewiacyjnych

$$I_{zx} = I_{xz} = - \sum_k m_k z_k x_k \quad (18)$$

gdzie x_k , y_k , z_k – składowe wektora wodzącego k -tego punktu, m_k – masa k -tego punktu.

Dla chwytaka roletowego położenie środka masy względem układu bazowego x_0 , y_0 , z_0 umieszczonego na flanszy robota zamieszczono w tabeli 16 i przedstawiono na rysunku 72.

Wyznaczone momenty bezwładności dla chwytaka roletowego zestawiono w tabelach 17 oraz 18.

Dla chwytaka czteroszczękowego wyznaczone położenie środka masy względem układu bazowego x_0 , y_0 , z_0 umieszczonego na flanszy robota zestawiono w tabeli 19 i przedstawiono na rys. 73.

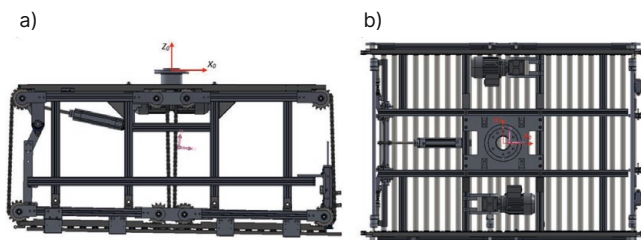
Wyznaczone momenty bezwładności dla chwytaka czteroszczękowego zestawiono w tabelach 20 i 21.

↓ **Tabela 16.** Położenie środka masy chwytaka roletowego względem układu bazowego

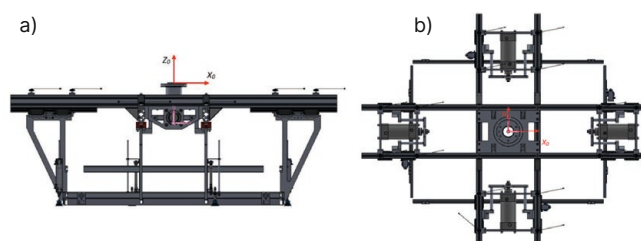
x [mm]	y [mm]	z [mm]
33,18	2,86	358,65

↓ **Tabela 17.** Momenty bezwładności względem środka masy chwytaka roletowego

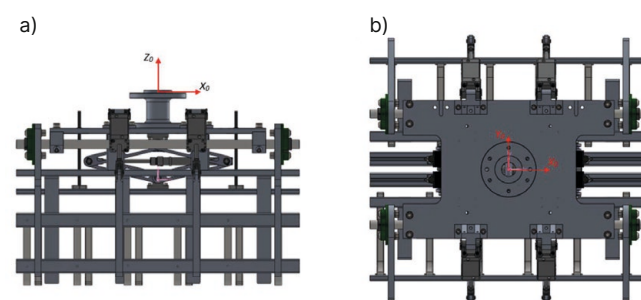
L_x [kg·m ²]	L_y [kg·m ²]	L_z [kg·m ²]
34,9612	52,5809	60,1254



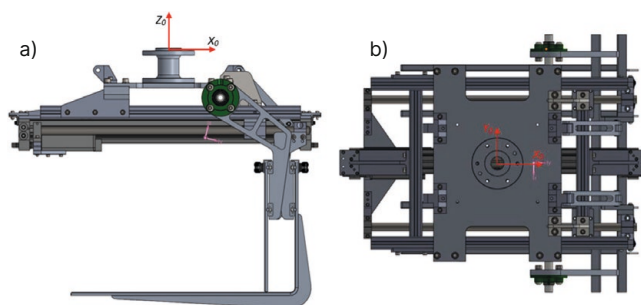
↑ **Rys. 72.** Położenie środka ciężkości chwytaka roletowego



↑ **Rys. 73.** Położenie środka masy chwytaka czteroszczękowego



↑ **Rys. 74.** Położenie środka masy chwytaka szczękowego do paletyzacji worków



↑ **Rys. 75.** Położenie środka masy chwytaka grabiowego

↓ **Tabela 18.** Momenty bezwładności chwytaka roletowego względem bazowego układu współrzędnych x_0 , y_0 , z_0

I_x [kg·m ²]	I_y [kg·m ²]	I_z [kg·m ²]
57,7937	75,6073	60,3221

↓ **Tabela 19.** Położenie środka masy chwytaka szczękowego względem układu bazowego

x [mm]	y [mm]	z [mm]
-0,06	0,08	-240,80

↓ **Tabela 20.** Momenty bezwładności chwytaka czteroszczękowego względem bazowego układu współrzędnych $x_0y_0z_0$

L_x [kg·m ²]	L_y [kg·m ²]	L_z [kg·m ²]
21,3899	36,4185	51,3563

↓ **Tabela 21.** Momenty bezwładności chwytaka czteroszczękowego względem bazowego układu współrzędnych $x_0y_0z_0$

I_x [kg·m ²]	I_y [kg·m ²]	I_z [kg·m ²]
28,4845	43,5132	51,3563

Dla chwytaka szczękowego do paletyzacji worków wyznaczone położenie środka masy względem układu bazowego $x_0y_0z_0$ umieszczonego na flanszy robota zestawiono w tabeli 22 i przedstawiono na rysunku 74.

Wyznaczone momenty bezwładności dla chwytaka szczękowego do paletyzacji worków zestawiono w tabelach 23 i 24.

Dla chwytaka grabiowego wyznaczone położenie środka masy względem układu bazowego $x_0y_0z_0$ umieszczonego na flanszy robota zestawiono w tabeli 25 i przedstawiono na rysunku 75.

Wyznaczone momenty bezwładności dla chwytaka grabiowego zestawiono w tabelach 26 i 27.

Znając parametry bezwładnościowe chwytaków, w kolejnym etapie sprawdzono ich funkcjonalność na podstawie symulacji pracy robota z chwytakiem opracowanych w programie ROBOGUIDE. Celem symulacji było wyznaczenie przestrzeni roboczych chwytaków na dedykowanych robotach, wyznaczenie czasu potrzebnego na pobranie i odłożenie produktu oraz maksymalnej wysokości stosu paletyzowanych produktów na paletach.

Dla chwytaka roletowego zakres pracy na dedykowanym robocie przedstawiono na rysunku 76.

Zakładając odległość od flanszy robota do poziomu równą 2171 mm oraz podnosząc go na postument o wysokości 1100 mm, uzyskujemy wysokość przestrzeni roboczej równą 3271 mm. Jest to maksymalna wysokość, na której może znaleźć się flansza robota przy maksymalnym górnym położeniu. Określając wysokość warstwy dla chwytaka roletowego, należy uwzględnić wysokość chwytaka (700 mm), wysokość palety (144 mm) oraz niezbędną przestrzeń do tego, aby po podniesieniu się ponad górną warstwę chwytak mógł swobodnie przejechać (dla uproszczenia rachunków przyjęto 117 mm). W rezultacie maksymalna wysokość stosu obsługiwanej przez robota z roletowym chwytakiem to 2310 mm.

Dla chwytaka szczękowego workowego zakres pracy na dedykowanym robocie przedstawiono na rysunku 77.

Ustawiając robota na postumencie o wysokości 800 mm i uwzględniając załadunek palety o wymiarach 1300 × 1300 mm i układając worki o wymiarach 800 × 500 × 180 mm (założona masa jednego worka – 50 kg) w studnię, uzyskano stos składający się z 9 warstw worków (9 × 4 × 50 kg = 1800 kg).

Projektując elementy wyżej opisanych chwytaków dedykowanych do procesu paletyzacji, skupiono się na

↓ **Tabela 22.** Położenie środka masy chwytaka workowego względem układu bazowego

x [mm]	y [mm]	z [mm]
0,15	-0,08	-245,80

↓ **Tabela 23.** Momenty bezwładności chwytaka workowego względem środka masy

L_x [kg·m ²]	L_y [kg·m ²]	L_z [kg·m ²]
5,2152	7,7425	9,9828

↓ **Tabela 24.** Momenty bezwładności chwytaka workowego względem bazowego układu współrzędnych $x_0y_0z_0$

I_x [kg·m ²]	I_y [kg·m ²]	I_z [kg·m ²]
8,2499	10,7772	9,9828

↓ **Tabela 25.** Położenie środka masy chwytaka grabiowego względem układu bazowego

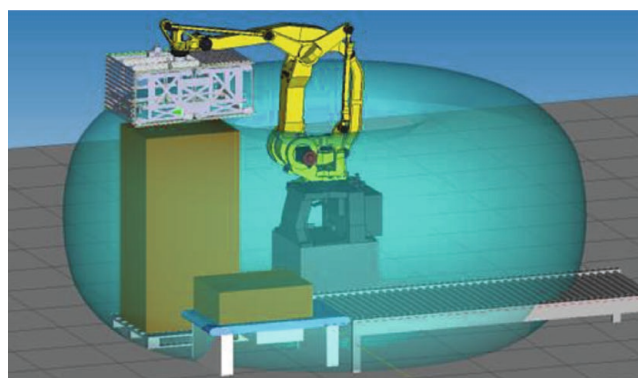
x [mm]	y [mm]	z [mm]
-1,82	113,03	-268,71

↓ **Tabela 26.** Momenty bezwładności względem środka masy chwytaka grabiowego

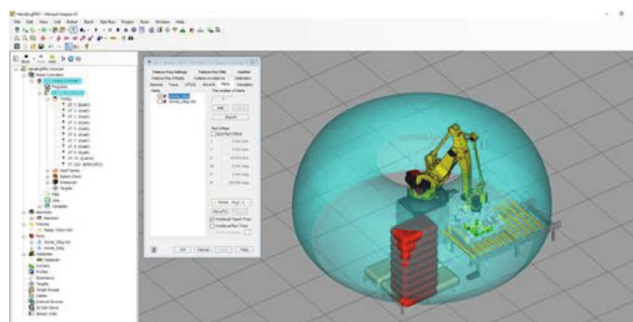
L_x [kg·m ²]	L_y [kg·m ²]	L_z [kg·m ²]
6,4601	7,7673	10,3085

↓ **Tabela 27.** Momenty bezwładności chwytaka grabiowego względem bazowego układu współrzędnych $x_0y_0z_0$

I_x [kg·m ²]	I_y [kg·m ²]	I_z [kg·m ²]
11,5926	12,1284	11,0803



↑ **Rys. 76.** Zakres pracy chwytaka roletowego na dedykowanym robocie



↑ **Rys. 77.** Wizualizacja przestrzeni roboczej z wykorzystaniem chwytaka workowego

wykorzystaniu możliwie jak największej liczby wspólnych elementów zarówno mechanicznych, pneumatycznych, jak i elektronicznych. Serce każdego z projektów jest sterownik PLC obsługujący bezpośrednio pracę chwytaka i komunikujący się z kontrolerem robota.

W przypadku chwytaków roletowego i ściskowego układ sterowania dla opracowywanego modułowego systemu chwytaków obejmuje elementy sensoryczne zabezpieczające poprawny odczyt parametrów pozycji elementów mechanicznych i towaru poddawanego paletyzacji. Dzięki wykorzystaniu wspólnych elementów dla chwytaków roletowego i ściskowego możliwa jest ich pełna zamiennność oraz przygotowanie uniwersalnego oprogramowania.

W prezentowanej koncepcji zdecydowano się na opracowanie systemu chwytaków, w skład którego wchodzi cztery urządzenia umożliwiające relatywnie szeroki zakres parametryzacji pracy. Założono występowanie wspólnych modułów w poszczególnych urządzeniach systemu, w warstwach mechanicznej (płyta główna mocująca), pneumatycznej (zawory sterujące) i elektronicznej (układ sterowania). Z jednej strony takie rozwiązanie pozwala na częściowe zunifikowanie sprzętowe, co może ułatwić naprawy w przypadku problemów i uszkodzeń mechanicznych, a z drugiej strony, dzięki uniwersalnemu oprogramowaniu, standaryzuje komunikację robota z chwytakami.

Głównym założeniem było przygotowanie platformy sprzętowej, która umożliwiłaby sterowanie wszystkimi urządzeniami wchodzącymi w skład Modułowego Systemu Inteligentnych Chwytaków (MSIC). Jako platformę sprzętową wybrano sterownik PLC S7-1200 firmy Siemens wraz z zewnętrznymi modułami wejść/ wyjść. Koncepcja zakładała opracowanie uniwersalnego oprogramowania dla zestawu czterech chwytaków. Zadaniem sterownika jest pełna kontrola i sterowanie funkcjami chwytaków oraz obsługa potencjalnych błędów. Uprości to znacznie pracę integratorów programujących roboty wykorzystujące zaproponowany system chwytaków.

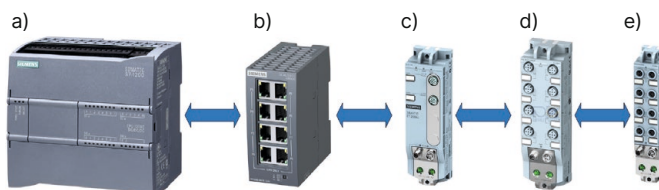
Komunikację pomiędzy poszczególnymi elementami stanowiska realizowano za pomocą mechanizmów Socket Messaging, które nie wymagają do działania dodatkowych modułów sprzętowych.

2.1. Układ sterowania – moduły sprzętowe

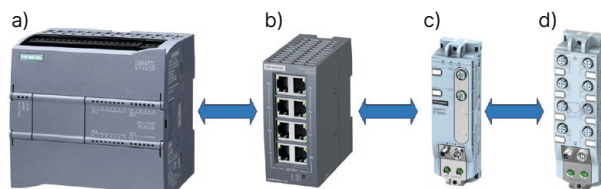
W przypadku chwytaków roletowego i ściskowego układ sterowania dla opracowywanego modułowego systemu chwytaków obejmuje elementy sensoryczne zabezpieczające poprawny odczyt parametrów pozycji elementów mechanicznych oraz towaru poddawanego paletyzacji. Dzięki wykorzystaniu wspólnych elementów dla chwytaków roletowego i ściskowego możliwa jest ich pełna zamiennność oraz przygotowanie uniwersalnego oprogramowania.

Układ sterowania składa się z następujących elementów (rys. 78):

- sterownik PLC Siemens S7-1200 1215c DC/DC/DC;
- switch ethernetowy SCALANCE XB005;



↑ Rys. 78. Schemat układu sterowania: a) sterownik PLC, b) switch ethernetowy, c) moduł Profinet, d) moduł rozszerzeń DIQ, e) moduł rozszerzeń DI



↑ Rys. 79. Schemat układu sterowania: a) sterownik PLC, b) switch ethernetowy, c) moduł Profinet, d) moduł rozszerzeń DIQ

- moduł Profinet SIMATIC ET 200AL, IM 157-1 PN;
- moduł rozszerzeń SIMATIC ET 200AL, DIQ 16x24VDC/0.5A;
- moduł rozszerzeń SIMATIC ET 200AL, DI 8x24VDC.

Komunikacja pomiędzy szafą sterującą chwytaka a rozproszonymi modułami wejścia/wyjścia umieszczonymi na chwytaku realizowana jest za pomocą protokołu PROFINET.

Układ sterowania chwytaków workowego i grabiowego wykorzystuje wspólne elementy, co pozwala na ich pełną zamiennność. Ze względu na mniejszą liczbę czujników zdecydowano się na zrezygnowanie z dodatkowego modułu DI. Układ sterowania składa się z następujących elementów (rys. 79):

- sterownik PLC Siemens S7-1200 1215c DC/DC/DC;
- switch ethernetowy SCALANCE XB005;
- moduł Profinet SIMATIC ET 200AL, IM 157-1 PN;
- moduł rozszerzeń SIMATIC ET 200AL, DIQ 16x24VDC/0.5A.

Zadaniem układu sterowania jest pełna kontrola i sterowanie funkcjami chwytaków oraz obsługa potencjalnych błędów. Układ ten wykorzystuje informacje z czujników zamontowanych na poszczególnych chwytakach.

Chwytnak workowy wyposażono w następujące czujniki:

- odległościowe – informujące o obecności produktu;
- pozycji siłownika – informujące o zamknięciu/otwarcu chwytaka.

Chwytnak grabiowy wyposażono w następujące czujniki:

- odległościowe – informujące o obecności produktu;
- odległościowy – wykrywający kolizję szczęki ruchomej;
- pozycji siłownika – informujący o zamknięciu/otwarcu chwytaka.

Komunikacja pomiędzy sterownikiem a rozproszonymi modułami wejścia/wyjścia umieszczonymi na chwytaku została zrealizowana za pomocą protokołu PROFINET.

2.1.1. Kanały komunikacyjne

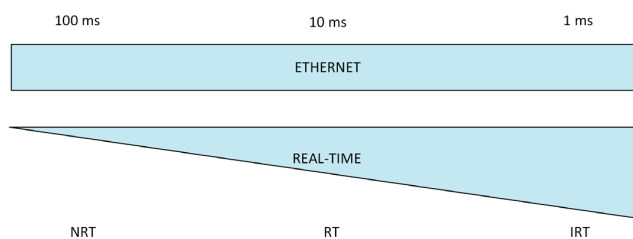
Profinet udostępnia trzy różne kanały komunikacyjne do wymiany danych pomiędzy sterownikiem a wejściami/wyjściami (rys. 80):

- kanał NRT (ang. *Non-Real-Time*) – do transmisji danych, które nie są krytyczne w czasie, np. start systemu, parametryzacja czy odczyt diagnoz;
- kanał RT (ang. *Real-Time*) – dane cykliczne z wejść i wyjść; także dane acykliczne, jak alarmy lub pakiety do przydzielania adresów lub nazw;
- kanał IRT (ang. *Isochronous Real-Time*) – transmisja danych zsynchronizowanych zegarowo, czas cyklu < 1 ms; wszystkie urządzenia wejścia/wyjścia równocześnie odbierają dane.

Komunikacja przemysłowa, szczególnie w procesach produkcyjnych lub przemysłowych, wymaga dokładnej i deterministycznej transmisji danych. Dlatego PROFINET IO nie wykorzystuje standardu TCP/IP do cyklicznej wymiany danych wejścia/wyjścia, lecz komunikację w czasie rzeczywistym (RT) lub izochroniczną komunikację w czasie rzeczywistym (IRT) do zsynchronizowanej wymiany danych w zarezerwowanych przedziałach czasowych.

PROFINET RT obsługuje wymianę danych krytycznych w czasie. Przychodząca ramka PROFINET RT Ethernet ma typ PROFINET EtherType*: 0x8892. Po dotarciu do węzła docelowego ramka jest natychmiast kierowana do aplikacji PROFINET. Ramka przechodzi bezpośrednio z sieci Ethernet (warstwa 2) do sieci PROFINET (warstwa 7). Pomija warstwy TCP/IP i unika zmiennego czasu potrzebnego na przetwarzanie. Dzięki temu szybkość komunikacji i determinizm znacznie się poprawiają. PROFINET RT spełnia ponad 95% wymagań automatyki przemysłowej dotyczących czasu, a praktycznie wszystkie ramki PROFINET są przesyłane tą metodą.

Procedura zsynchronizowanej transmisji dla cyklicznej wymiany danych IRT pomiędzy urządzeniami PROFINET wykorzystuje zarezerwowane pasmo w zegarze nadawania (ang. *send clock*) dla danych IRT IO. Zarezerwowane pasmo zapewnia, że dane IRT będą transmitowane w zarezerwowanych, synchronicznych interwałach, pozostając niezależne nawet w razie większych obciążeń sieci (np. komunikacja TCP/IP lub dodatkowa komunikacja RT). Opcja high flexibility (wysoka elastyczność) pozwala na proste planowanie i rozbudowanie sieci. Współdzielony zegar jest zgodny ze standardem IEEE, znanym jako IEEE 1588v2 (lub IEEE 1588-2008). Standard ten definiuje protokół PTP (*Precision Time Protocol*), a PROFINET rozszerza PTP w ramach protokołu zwanego PTCP (*Precision Transparent Clock Protocol*). PTCP jest używany nie tylko do współdzielenia wspólnego zegara czasu rzeczywistego w sieci, ale także do obliczania opóźnień właściwych dla switchów sieciowych i okablowania między nimi. Urządzenia IRT są w stanie obliczyć te opóźnienia z dokładnością do nanosekundy i właśnie ta dokładność pozwala wszystkim switchom w sieci IRT wchodzić i wychodzić z warstwy czasowej IRT dokładnie w tym samym czasie. Dodatkowe układy logiczne przełączania muszą działać



↑ Rys. 80. Kanały komunikacyjne sieci PROFINET [133]

zgodnie z wymaganiami określonymi przez PI. Każdy komponent w sieci PROFINET, od kontrolera do urządzeń i każdy switch ethernetowy pomiędzy nimi, musi być certyfikowany zgodnie z PROFINET's Conformance Class C. Należy też skonfigurować domenę synchronizacji IRT, z której będzie korzystał kontroler – należy określić jak duże pasmo (ile odcinków czasu) ma być przeznaczone na pracę IRT, wraz z czasami cykli dla urządzeń. Na koniec należy zdefiniować topologię sieci – należy dokładnie określić, jak połączone są kable między urządzeniami IRT, aby kontroler mógł zoptymalizować harmonogram transmisji IRT w ramach wycinka czasu IRT.

2.1.2. Adresowanie urządzeń PROFINET

Dodając nowe węzły do sieci PROFINET, należy wziąć pod uwagę ich adresy. Każde urządzenie PROFINET ma trzy adresy: adres MAC, nazwę urządzenia i adres IP. Adres MAC jest predefiniowany przez producenta i zazwyczaj nie można go zmienić. Wszystkie urządzenia PROFINET pracują z protokołem TCP/IP i dlatego do pracy w sieci Ethernet potrzebują adresu IP. Adresy IP można ustawić we właściwościach modułu. Jeśli sieć jest częścią istniejącej zakładowej sieci Ethernet, to należy zwrócić się do administratora sieci o podanie tych danych. Adresy IP urządzeń IO-Device przydzielane są automatycznie, z reguły podczas uruchamiania CPU. Adresy IP urządzeń IO-Device mają zawsze taką samą maskę podsieci jak IO-Controller i są przydzielane w kolejności rosnącej, począwszy od adresu IP IO-Controllera.

Zanim urządzenie IO-Device będzie mogło zostać zaadresowane przez IO-Controller, musi mieć nadaną nazwę urządzenia. Procedura przypisywania każdemu węzłowi nazwy urządzenia oprócz adresu IP ułatwia integrację, uruchamianie i rozwiązywanie problemów, ponieważ nazwy urządzeń są łatwiejsze w obsłudze niż adresy IP. Użytkownicy mogą dowolnie wybierać unikatowe nazwy dla każdego węzła, stosując się do podstawowych zasad wymienionych poniżej. Najważniejsze jest przypisanie nazw zrozumiałych, które zapewnią lepszy przegląd obiektu. Zarówno IO-Controller, jak i IO-Device mają nazwę urządzenia. Jeśli aktywowana jest opcja Generate PROFINET device name automatically, to nazwa urządzenia jest automatycznie tworzona na podstawie nazwy skonfigurowanej dla urządzenia (CPU, CP lub IM). Nazwa urządzenia PROFINET składa się z nazwy urządzenia (np. CPU), nazwy interfejsu (tylko w przypadku wielu interfejsów PROFINET) i opcjonalnie nazwy systemu IO:

<nazwa CPU>.<nazwa interfejsu>.<nazwa systemu IO>

Nazwa ta nie może zostać zmieniona bezpośrednio. Nazwa urządzenia PROFINET zmienia się pośrednio przez zmianę nazwy danego CPU, CP lub IM w ogólnych właściwościach modułu. Nazwa urządzenia PROFINET wyświetlana jest również np. na liście dostępnych urządzeń. Jeśli nazwa urządzenia PROFINET ma być ustawiona niezależnie od nazwy modułu, to należy dezaktywować opcję Generate PROFINET device name automatically.

Z nazwy urządzenia PROFINET generowana jest nazwa przekształcona. Jest to nazwa urządzenia, która jest rzeczywiście ładowana do urządzenia. Nazwa urządzenia PROFINET jest konwertowana tylko wtedy, gdy nie odpowiada ona zasadom IEC 61158-6-10. Nazwa ta nie może być również zmieniana bezpośrednio.

Nazwa przekształcona generowana jest na podstawie następujących zasad [134]:

- nazwa składa się z jednej lub więcej etykiet, które są oddzielone kropką;
- może mieć do 240 znaków łącznie (tylko małe litery, cyfry, myślnik lub kropka);
- składowa nazwy w nazwie urządzenia, czyli ciąg znaków między dwiema kropkami, nie może przekraczać 63 znaków;
- składnik nazwy składa się ze znaków [a–z, 0–9];
- nazwa urządzenia nie może zaczynać się ani kończyć znakiem „-”;
- nazwa urządzenia nie może zaczynać się od cyfry;
- niedozwolona jest forma nazwy urządzenia n.n.n.n (n = 0, ..., 999);
- nazwa urządzenia nie może zaczynać się od łańcucha „port-xyz” ani „port-xyz-abcde” (a, b, c, d, e, x, y, z = 0, ..., 9).

Przykładem poprawnie wygenerowanej nazwy urządzenia jest

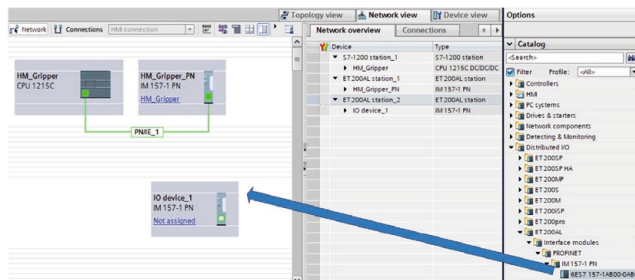
device-1.machine-1.plant-1.vendor

Jeśli nazwę tę przypiszemy np. procesorowi, to STEP 7 nie przekształci jej, ponieważ jest ona zgodna z opisanymi powyżej zasadami.

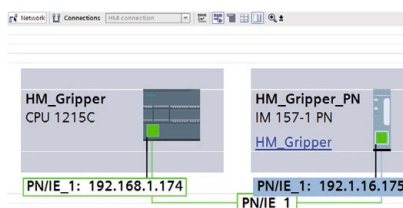
2.1.3. Dodawanie rozproszonych wejść/wyjść do projektu w TIA Portal

Większość urządzeń stosowanych w aplikacjach automatyki musi mieć określone podstawowe parametry pracy. Narzędziem umożliwiającym ich konfigurację jest edytor Devices & networks w środowisku TIA Portal. Za jego pomocą możliwe jest np. przydzielanie adresów IP, które służą do identyfikacji urządzeń w sieci. Pozwala również ustalić adresy wejścia/wyjścia modułów, sprecyzować czas cyklu lub określić czas lokalny CPU. Dodawanie rozproszonych modułów wejść/wyjść odbywa się w zakładce Device configuration. Aby dodać nowy moduł, wystarczy przeciągnąć go z katalogu do obszaru roboczego (rys. 81).

Ustanowienie połączenia pomiędzy CPU a modułami rozproszonymi odbywa się w zakładce Network view przez



↑ Rys. 81. Dodanie bramy PROFINET do konfiguracji sprzętowej



← Rys. 82. Widok połączenia pomiędzy sterownikiem PLC i rozproszonym modułem IO

przeciągnięcie linii połączenia z portu sterownika CPU (zielony kwadrat) do portu modułu rozproszonego (zielony kwadrat na module). Poprawne połączenie sygnalizowane jest zieloną linią łączącą oba urządzenia (rys. 82), a przy urządzeniu IO-Device wyświetlona zostanie nazwa IO-Controllera, z którym ustalone zostało połączenie.

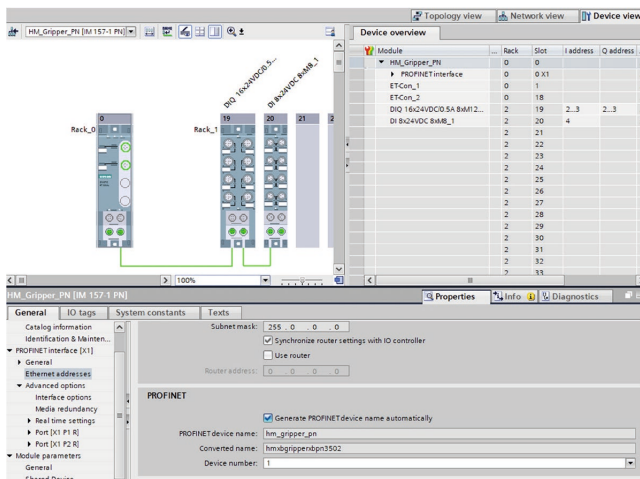
Konfiguracja rozproszonych wejść/wyjść

System rozproszonych wejść/wyjść można skonfigurować i przypisać mu niezbędne parametry w środowisku TIA Portal (moduł CPU/interfejs, moduły wejścia/ wyjścia) lub za pomocą oprogramowania konfiguracyjnego innego producenta (moduł interfejsu, moduły wejścia/wyjścia). Przez konfigurowanie rozumie się rozmieszczanie, ustawianie i łączenie w sieć urządzeń i modułów w obrębie widoku urządzenia lub widoku sieci. STEP 7 przedstawia graficznie moduły i szyny tak jak w przypadku rzeczywistych szaf modułowych, widok urządzenia pozwala na wstawienie określonej przez producenta liczby modułów (rys. 83).

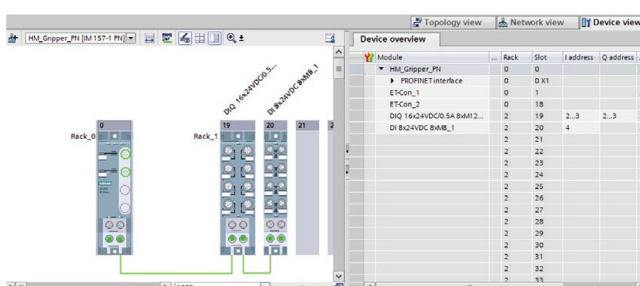
Po wstawieniu STEP 7 automatycznie przypisuje modułom adresy i unikalny identyfikator sprzętowy (HW identifier). Adresy te można później zmienić, lecz identyfikatory sprzętowe nie mogą zostać zmienione. Po uruchomieniu systemu moduł CPU porównuje przygotowaną konfigurację z rzeczywistą konfiguracją systemu. Użytkownik może wybrać sposób reakcji CPU/interfejsu na błędy w konfiguracji sprzętowej rozproszonych modułów wejść/wyjść.

Przykładowa konfiguracja ET200

Na kolejnych rysunkach przedstawiono przykładową konfigurację rozproszonych wejść/wyjść w środowisku TIA Portal. Wybrane moduły odpowiadają konfiguracji przedstawionej dla chwytaków roletowego i ściskowego. Na rysunku 84 pokazano widok okna Device view ze wstawionymi modułami SIMATIC ET 200AL– Profinet IM 157-1 PN,



↑ Rys. 83. Widok okna konfiguracji modułów ET200



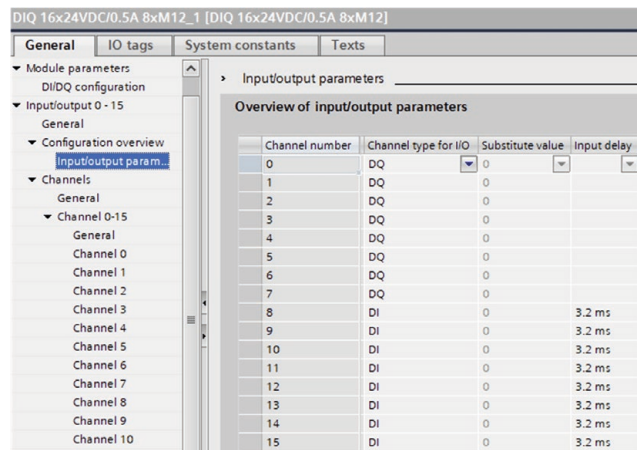
↑ Rys. 84. Widok okna Device view modułów ET200AL

DIQ 16x24VDC/0.5A oraz DI 8x24VDC. Ważne jest, aby kolejność ich ustawienia podczas konfiguracji odpowiadała rzeczywistemu podłączeniu modułów – jest to niezbędne do poprawnego działania rozproszonych modułów wejść/wyjść. Dzięki zaimplementowaniu modułu DIQ łączącego w sobie zarówno wejścia, jak i wyjścia cyfrowe możliwa była realizacja funkcji sterujących dla zestawu chwytaków wchodzących w skład Modułowego Systemu Inteligentnych Chwytaków.

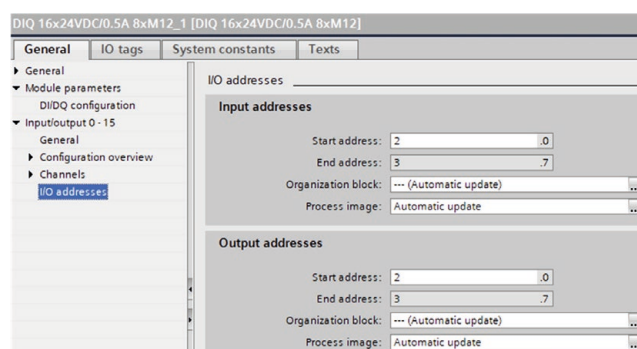
Na rysunku 85 widać okno konfiguracji modułu DIQ 16x24VDC/0.5A, dla którego użytkownik dowolnie może wybrać przeznaczenie poszczególnych kanałów. W zaprezentowanym przypadku konfiguracja przedstawia 8 wyjść cyfrowych (DQ) oraz 8 wejść cyfrowych (DI). Kolejnym krokiem konfiguracji jest zaadresowanie wejść i wyjść. Użytkownik może zmienić domyślne adresowanie, wybierając na ekranie konfiguracyjnym pole adresu i wpisując własne wartości. Wejściom i wyjściom cyfrowym przypisywane są pełne bajty, niezależnie od tego, czy moduł ma wszystkie kanały, czy nie. W przypadku wejść i wyjść analogowych tworzone są grupy po 4 bajty. Zaletą środowiska TIA Portal jest asystowanie użytkownikowi i informowanie o niepoprawnej adresacji, zarówno w przypadku złego rozmiaru, jak i zaistnienia konfliktu z innymi adresami (rys. 86).

Widok połączenia sieciowego pomiędzy sterownikiem PLC a modułami rozproszonymi przedstawiono na rysunku 87.

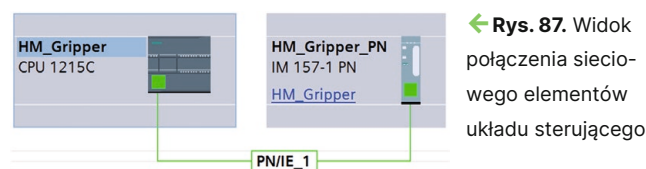
Moduły rozproszone z serii ET 200AL skonfigurowane zostały w środowisku TIA Portal i stanowią część



↑ Rys. 85. Przykład konfiguracji wejść/wyjść modułu DIQ



↑ Rys. 86. Przykład adresowania wejść/wyjść modułu DIQ



← Rys. 87. Widok połączenia sieciowego elementów układu sterującego

HM_Gripper_PN	0	0		IM 157-1 PN	6ES7 157-1AB00-0AB0
PROFINET interface	0	0 X1		PROFINET interface	
ET-Con_1	0	1		ET-Con	
ET-Con_2	0	18		ET-Con	
DIQ 16x24VDC/0.5A 8xM12...	2	19	2...3	DIQ 16x24VDC/0.5...	6ES7 143-5A000-0BA0
DI 8x24VDC 8xM8_1	2	20	4	DI 8x24VDC 8xM8	6ES7 141-5B000-0BA0

↑ Rys. 88. Widok okna konfiguracji modułów ET 200 AL

konfiguracji sprzętowej stanowiska wgrywanej do sterownika programowalnego.

Adresy wejść i wyjść cyfrowych są pokazane na rysunku 88. Moduł DIQ16 przyjmuje adresy od 2.0 do 3.8, a moduł DI8 – adresy od 4.0 do 4.8. □

Fragment pochodzi z książki: *Robotyzacja i automatyzacja*
dr inż. Wojciech Kaczmarek, Jarosław Panasiuk
Wydawnictwo Naukowe PWN SA

Zestawienie firm

Aparatura kontrolno-pomiarowa; systemy sterowania i kontroli procesu		
AXIS Sp. z o.o. ul. Kartuska 375 B 80-125 Gdańsk	tel. 58 320 63 01 fax 58 320 63 00 e-mail: handel@axis.pl www.axis.pl	Oferujemy: • wagi • podzespoły do systemów ważących • siłomierze i mierniki momentu siły • podzespoły do pomiaru siły i wytrzymałości • statywy z programowanym przesuwem. Naszym produktom stawiane są najwyższe wymagania co do dokładności, niezawodności i odporności na czynniki środowiskowe.
Flowserve SIHI Poland Sp. z o.o. ul. Poleczki 23 02-822 Warszawa	tel. 22 335 24 80 Sales_PL@flowserve.com www.flowserve.com	Flowserve SIHI Poland (wcześniej Sterling Fluid Systems Polska) jest jednostką operacyjną Grupy Flowserve w Polsce. Oferujemy cały przekrój urządzeń techniki pompowej Grupy Flowserve, zapewniając klientom pełne wsparcie zarówno w obszarze doboru urządzeń, ich dostawy, jak i pełnej opieki posprzedażowej.
steute Polska ul. Skrzetuskiego 38 02-726 Warszawa	tel. 22 843 08 20 info@steute.pl www.steute.pl	Niemiecka firma steute Technologies dostarcza komponenty systemów automatyki i bezpieczeństwa: wyłączniki linkowe bezpieczeństwa (www.linkowe.pl) • wyłączniki nożne (www.nozne.pl) • wyłączniki krańcowe • kasety sterownicze • wyłączniki, czujniki i blokady bezpieczeństwa • kurtyny świetlne, listwy i maty bezpieczeństwa (www.grein.pl) • wykonania specjalne urządzeń: przeciwwybuchowe Ex (ATEX), bezprzewodowe, o stopniu ochrony do IP69K, odporne na korozję, do pracy w wysokiej/niskiej temperaturze.
PACKSOL Ryszard Warczyński ul. Odonica 2 62-200 Gniezno	tel./fax 61 425 13 73 tel. 601 997 535 ryszard.warczyński@packsol.pl www.packsol.pl	Wagi kontrolne, wykrywacze X-Ray, wykrywacze metalu, dozowniki wagowe, pionowe i poziome maszyny pakujące, pakowanie w kartony różnych typów oraz robotyka i systemy paletyzujące. Przedstawicielstwo firm: PRISMA, PFM/MBP, IMBALL, FUTURA PACK, MF, GAMPACK.
Maszyny do produkcji opakowań		
POLPAK Sp. z o.o. ul. Kabrioletu 4 03-117 Warszawa	tel. 22 614 49 48 fax 22 814 36 36 e-mail: polpak@polpak.pl www.polpak.pl	PRODUCENT MASZYN PAKUJĄCYCH POLPAK oferuje: poziome maszyny pakujące doypack-monofolie, pionowe maszyny pakujące, kompletne linie pakujące, case packery, pakowanie w wiaderka, pakowanie w worki, pakowanie zbiorcze, kartoniarki.
Maszyny etykietujące, znakujące		
COMP S.A. Oddział Centrum Technologii Sprzedaży ul. Nawojowska 118 33-300 Nowy Sącz	tel. 18 444 00 20 fax 18 444 07 90 e-mail: info@novitus.pl www.novitus.pl	NOVITUS oferuje innowacyjne rozwiązania dla przemysłu oparte na wagach dynamicznych. Są to usprawniające proces produkcyjny ręczne lub automatyczne systemy ważąco-etykietujące. Dużym atutem są także, wykorzystywane do sortowania produktów, dyskryminatory i klasyfikatory produktów według masy.
Maszyny i urządzenia pakujące		
Fenix Systems Sp. z o.o. ul. Długa 40 Moczydłów 05-530 Góra Kalwaria	tel. 22 715 52 53 e-mail: biuro@fenixsystems.eu www.fenixsystems.eu	Kompletne linie do pakowania i systemy kontroli jakości. Systemy podawania, naważarki wielogłowicowe, wagi kontrolne, wykrywacze metali, X-Ray, kartoniarki, systemy paletyzacji, wózki widłowe LGV. Zapewniamy: ofertę, projekt, dostawę, montaż, serwis.

Maszyny i urządzenia pakujące (cd.)		
Flowserve SIHI Poland Sp. z o.o. ul. Poleczki 23 02-822 Warszawa	tel. 22 335 24 80 Sales_PL@flowserve.com www.flowserve.com	Flowserve SIHI Poland (wcześniej Sterling Fluid Systems Polska) jest jednostką operacyjną Grupy Flowserve w Polsce. Oferujemy cały przekrój urządzeń techniki pompowej Grupy Flowserve, zapewniając klientom pełne wsparcie zarówno w obszarze doboru urządzeń, ich dostawy, jak i pełnej opieki posprzedażowej.
PACKSOL Ryszard Warczyński ul. Odonica 2 62-200 Gniezno	tel./fax 61 425 13 73 tel. 601 997 535 ryszard.warczyński@packsol.pl www.packsol.pl	Wagi kontrolne, wykrywacze X-Ray, wykrywacze metalu, dozowniki wagowe, pionowe i poziome maszyny pakujące, pakowanie w kartony różnych typów oraz robotyka i systemy paletyzujące. Przedstawicielstwo firm: PRISMA, PFM/MBP, IMBALL, FUTURA PACK, MF, GAMPACK.
POLPAK Sp. z o.o. ul. Kabrioletu 4 03-117 Warszawa	tel. 22 614 49 48 fax 22 814 36 36 e-mail: polpak@polpak.pl www.polpak.pl	PRODUCENT MASZYN PAKUJĄCYCH POLPAK oferuje: poziome maszyny pakujące doypack-monofolie, pionowe maszyny pakujące, kompletne linie pakujące, case packery, pakowanie w wiaderka, pakowanie w worki, pakowanie zbiorcze, kartoniarki.
Teccon Sp. z o.o. Sp. komandytowa ul. Gdańska 134 62-200 Gniezno	tel. +48 61 427 79 96 e-mail: biuro@teccon.pl www.teccon.pl	Producent maszyn pakujących oraz systemów paletyzacji. W ofercie firmy znajdują się: kartoniarki jednostkowe, kartoniarki zbiorcze, systemy miksowania produktów, formierki kartonów oraz tacek, automatyczne wieczarki kartonów, paletyzatory, transportery, maszyny prototypowe „szyte na miarę”.
ULMA Packaging Polska Sp. z o.o. ul. Kościelna 10 05-124 Skrzyszew	tel. 22 766 22 50 biuro@ulmapackaging.pl www.ulmapackaging.pl	ULMA Packaging, lider w produkcji i projektowaniu maszyn pakujących, sprzedaje rozwiązania do pakowania produktów spożywczych i niespożywczych. Jesteśmy jedynym producentem oferującym wszystkie rodzaje linii pakujących, obejmujące: maszyny poziome Flow Pack (HFFS), zamykanie tacek Traysealer, rolowe, pionowe (VFFS), maszyny do folii stretch, pakowanie w folię termokurczliwą. ULMA oferuje również rozwiązania do automatyzacji pakowania i pakowania zbiorczego – roboty, kartoniarki, systemy paletyzacji.
TREPKO S.A. ul. Roosevelta 116 62-200 Gniezno	tel. 61 426 50 41 fax 61 426 50 68 info@trepko.com www.trepko.com	Światowy dostawca automatów pakujących dla przemysłu spożywczego: Automaty do napełniania i zamykania w gotowe pojemniki • Automaty do napełniania butelek • Linia do napełniania i koagulacji sera U.F. • Linie do pakowania w bloki • Automaty do formowania i owijania kostek • Pakowanie w bloki • Systemy pakowania zbiorczego • Serwis pogwarancyjny, sprzedaż części zamiennych, doradztwo techniczne.
Maszyny napełniające i zamykające		
Flowserve SIHI Poland Sp. z o.o. ul. Poleczki 23 02-822 Warszawa	tel. 22 335 24 80 Sales_PL@flowserve.com www.flowserve.com	Flowserve SIHI Poland (wcześniej Sterling Fluid Systems Polska) jest jednostką operacyjną Grupy Flowserve w Polsce. Oferujemy cały przekrój urządzeń techniki pompowej Grupy Flowserve, zapewniając klientom pełne wsparcie zarówno w obszarze doboru urządzeń, ich dostawy, jak i pełnej opieki posprzedażowej.
POLPAK Sp. z o.o. ul. Kabrioletu 4 03-117 Warszawa	tel. 22 614 49 48 fax 22 814 36 36 e-mail: polpak@polpak.pl www.polpak.pl	PRODUCENT MASZYN PAKUJĄCYCH POLPAK oferuje: poziome maszyny pakujące doypack-monofolie, pionowe maszyny pakujące, kompletne linie pakujące, case packery, pakowanie w wiaderka, pakowanie w worki, pakowanie zbiorcze, kartoniarki.

Reklama

**WAŻENIE
DOZOWANIE
PAKOWANIE**
kwartalnik techniczno-informacyjny

www.wdp.com.pl

Systemy transportu wewnętrznego		
Eureka. Inżynieria Spożywcza. Doradztwo i projektowanie ul. Rapackiego 19 20-150 Lublin	tel. 602 773 252 www.eurekainz.pl	Oferujemy innowacyjne rozwiązania dla przemysłu spożywczego i ochrony środowiska, w tym dozowniki celkowe w zakresie wydajności od 0,027 dm ³ do 0,16 m ³ i obrót wirnika do zasilania transportu wewnętrznego, dozowniki śrubowe, depozytory w liniach technologicznych, transport pneumatyczny, przenośniki ciągnowe, suszarki fluidyzacyjne i inne na indywidualne zamówienie.
Teccon Sp. z o.o. Sp. komandytowa ul. Gdańska 134 62-200 Gniezno	tel. +48 61 427 79 96 e-mail: biuro@teccon.pl www.teccon.pl	Producent maszyn pakujących oraz systemów paletyzacji. W ofercie firmy znajdują się: kartoniarki jednostkowe, kartoniarki zbiorcze, systemy miksowania produktów, formierki kartonów oraz tacek, automatyczne wieczkarki kartonów, paletyzatory, transportery, maszyny prototypowe „szyte na miarę”.
steute Polska ul. Skrzetuskiego 38 02-726 Warszawa	tel. 22 843 08 20 info@steute.pl www.steute.pl	Niemiecka firma steute Technologies dostarcza komponenty systemów automatyki i bezpieczeństwa: wyłączniki linkowe bezpieczeństwa (www.linkowe.pl) • wyłączniki nożne (www.nozne.pl) • wyłączniki krańcowe • kasety sterownicze • wyłączniki, czujniki i blokady bezpieczeństwa • kurtyny świetlne, listwy i maty bezpieczeństwa (www.grein.pl) • wykonania specjalne urządzeń: przeciwwybuchowe Ex (ATEX), bezprzewodowe, o stopniu ochrony do IP69K, odporne na korozję, do pracy w wysokiej/niskiej temperaturze.
Systemy napędowe maszyn/komponenty		
Multiprojekt Sp. z o.o. ul. Pilotów 2E 21-465 Kraków	tel. 12 413 90 58 e-mail: info@multiprojekt.pl www.multiprojekt.pl	Dystrybuujemy sterowniki PLC FATEK, panele operatorskie WEINTEK, serwonapędy i kontrolery ruchu TRIO, technikę liniową HIWIN, siłowniki liniowe LinMot, falowniki MICNO, roboty Neura Robotics. Zapewniamy doradztwo techniczne, podstawowe i zaawansowane szkolenia oraz pomoc techniczną przy uruchomieniu.
steute Polska ul. Skrzetuskiego 38 02-726 Warszawa	tel. 22 843 08 20 info@steute.pl www.steute.pl	Niemiecka firma steute Technologies dostarcza komponenty systemów automatyki i bezpieczeństwa: wyłączniki linkowe bezpieczeństwa (www.linkowe.pl) • wyłączniki nożne (www.nozne.pl) • wyłączniki krańcowe • kasety sterownicze • wyłączniki, czujniki i blokady bezpieczeństwa • kurtyny świetlne, listwy i maty bezpieczeństwa (www.grein.pl) • wykonania specjalne urządzeń: przeciwwybuchowe Ex (ATEX), bezprzewodowe, o stopniu ochrony do IP69K, odporne na korozję, do pracy w wysokiej/niskiej temperaturze.
Systemy pakowania zbiorczego		
PACKSOL Ryszard Warczyński ul. Odonica 2 62-200 Gniezno	tel./fax 61 425 13 73 tel. 601 997 535 ryszard.warczyński@packsol.pl www.packsol.pl	Wagi kontrolne, wykrywacze X-Ray, wykrywacze metalu, dozowniki wagowe, pionowe i poziome maszyny pakujące, pakowanie w kartony różnych typów oraz robotyka i systemy paletyzujące. Przedstawicielstwo firm: PRISMA, PFM/MBP, IMBALL, FUTURA PACK, MF, GAMPACK.
POLPAK Sp. z o.o. ul. Kabrioletu 4 03-117 Warszawa	tel. 22 614 49 48 fax 22 814 36 36 e-mail: polpak@polpak.pl www.polpak.pl	PRODUCENT MASZYN PAKUJĄCYCH POLPAK oferuje: poziome maszyny pakujące doypack-monofolie, pionowe maszyny pakujące, kompletne linie pakujące, case packery, pakowanie w wiaderka, pakowanie w worki, pakowanie zbiorcze, kartoniarki.
Teccon Sp. z o.o. Sp. komandytowa ul. Gdańska 134 62-200 Gniezno	tel. +48 61 427 79 96 e-mail: biuro@teccon.pl www.teccon.pl	Producent maszyn pakujących oraz systemów paletyzacji. W ofercie firmy znajdują się: kartoniarki jednostkowe, kartoniarki zbiorcze, systemy miksowania produktów, formierki kartonów oraz tacek, automatyczne wieczkarki kartonów, paletyzatory, transportery, maszyny prototypowe „szyte na miarę”.

Systemy, urządzenia ważące i dozujące		
PH-U BRINPOL Jarosław Brinken ul. Królewska 35 05-502 Bogatki	tel. 22 757 36 51 kom. 501 041 986 e-mail: brinpol@brinpol.com.pl www.brinpol.com.pl	Dozowniki materiałów sypkich firmy HETHON. Precyzyjne podawanie proszków, granulatów, barwników, ziaren. Dozowanie materiałów zbrylających się i zawieszających się. Wydajność 0,015–20 000 l/h. System szybkiego demontażu do czyszczenia zbiornika. Łatwa wymiana ślimaka i dyszy.
COMP S.A. Oddział Centrum Technologii Sprzedaży ul. Nawojowska 118 33-300 Nowy Sącz	tel. 18 444 00 20 fax 18 444 07 90 e-mail: info@novitus.pl www.novitus.pl	NOVITUS oferuje innowacyjne rozwiązania dla przemysłu oparte na wagach dynamicznych. Są to usprawniające proces produkcyjny ręczne lub automatyczne systemy ważąco-etykietujące. Dużym atutem są także, wykorzystywane do sortowania produktów, dyskryminatory i klasyfikatory produktów według masy.
ELWAG Sp. z o.o. ul. Kościuszki 1 C 44-100 Gliwice	tel./fax 32 331 37 11 tel. kom. 601 894 376 e-mail: biuro@elwag.pl www.elwag.pl	Certyfikowany partner firmy Minebea Intec – sprzedaż, serwis. Przemysłowe wagi zbiornikowe, platformowe – technologiczne i legalizowane. Systemy dozujące. Projektowanie, wykonawstwo, uruchomienie. Sterowanie procesami przemysłowymi.
Fenix Systems Sp. z o.o. ul. Długa 40 Moczydłów 05-530 Góra Kalwaria	tel. 22 715 52 53 e-mail: biuro@fenixsystems.eu www.fenixsystems.eu	Kompletne linie do pakowania i systemy kontroli jakości. Systemy podawania, naważarki wielogłowicowe, wagi kontrolne, wykrywacze metali, X-Ray, kartoniarki, systemy paletyzacji, wózki widłowe LGV. Zapewniamy: ofertę, projekt, dostawę, montaż, serwis.
F.P.H.U "GLOBALWAG" Patrycja Rogowska ul. Elektrodoła 45K 33-300 Nowy Sącz	tel. 18 547 11 59 tel. 600 447 311 tel. 604 836 062 biuro@globalwag.pl	Firma GLOBALWAG to czołowy polski producent elektronicznych wag samochodowych, pomostowych, przemysłowych i kolejowych. Zakres naszej działalności obejmuje: projektowanie, produkcję, sprzedaż, montaż, wzorcowanie, legalizację, a także serwis, konserwację i modernizację wag różnego rodzaju. Dzięki zastosowaniu najwyższej jakości materiałów i podzespołów naszym Klientom zapewniamy produkty wyjątkowo trwałe i wytrzymałe. Inwestycja w ciągły rozwój zespołu i produkcji zapewnia Klientom firmy GlobalWag profesjonalizm na najwyższym poziomie.
Jesma Sp. z o.o. ul. Firmowa 18 62-023 Robakowo	tel. kom. 722 011 022 e-mail: mtr@jesma.com www.jesma.com	Jesma – tworzy, produkuje i sprzedaje wagi i systemy wagowe do statycznego, dynamicznego i ciągłego ważenia. Wysoka jakość jest oczywistą cechą każdego dostarczanego systemu. Techniki ważenia i dozowania to specjalność firmy, której produkty zapewniają niezawodność, elastyczność i funkcjonalność.
N.B.C. Polska Sp. z o.o. ul. Złoty Potok 10/16 02-699 Warszawa	tel. 22 855 18 30 e-mail: nbc@nbc-el.pl www.nbc-el.pl	Oferujemy szeroką gamę wysokiej jakości włoskich czujników tensometrycznych, standardowych i projektowanych na zamówienie, akcesoria do czujników, torsjometry, mierniki wagowe z wieloma typami interfejsów, moduły dozujące, ograniczniki do dźwigów i suwnic z rejestratorem danych, wagi dynamometryczne.
PACKSOL Ryszard Warczyński ul. Odonica 2 62-200 Gniezno	tel./fax 61 425 13 73 tel. 601 997 535 ryszard.warczyński@packsol.pl www.packsol.pl	Wagi kontrolne, wykrywacze X-Ray, wykrywacze metalu, dozowniki wagowe, pionowe i poziome maszyny pakujące, pakowanie w kartony różnych typów oraz robotyka i systemy paletyzujące. Przedstawicielstwo firm: PRISMA, PFM/MBP, IMBALL, FUTURA PACK, MF, GAMPACK.
PPU „PROTON elektronik” Edward Flisak ul. Kożuchowska 35 A 65-364 Zielona Góra	tel. 68 320 43 63 fax 68 320 43 63 protonelektronik@protonelektronik.pl www.protonelektronik.pl	Systemy automatycznego naważania, systemy naważania przedmieszek, wagi przemysłowe, wagi automatyczne: automatyzacja linii granulacji, systemy sterowania i wizualizacji, automatyka przemysłowa. Budowa, wyposażenie i automatyzacja przetwórci pasz.
POLPAK Sp. z o.o. ul. Kabrioletu 4 03-117 Warszawa	tel. 22 614 49 48 fax 22 814 36 36 e-mail: polpak@polpak.pl www.polpak.pl	PRODUCENT MASZYN PAKUJĄCYCH POLPAK oferuje: poziome maszyny pakujące doypack-monofolie, pionowe maszyny pakujące, kompletne linie pakujące, case packery, pakowanie w wiaderka, pakowanie w worki, pakowanie zbiorcze, kartoniarki.

Systemy, urządzenia ważące i dozujące (cd.)		
Zinner Wagi i Systemy Wagowe ul. Przelot 24 60-408 Poznań	tel. kom. 601 772 441 e-mail: info@zinner.pl www.zinner.pl www.tensometry.zinner.pl www.silomierze-dynamometry.pl	Oferujemy wagi, systemy wagowe, wagi przemysłowe i laboratoryjne. Części do produkcji wag – tensometry (czujniki) wagowe, zestawy montażowe, elektronikę wagową (np. do wag zbiornikowych, taśmociągowych). Automatyka wagowa – przetworniki do PLC. Siłomierze i maszyny wytrzymałościowe do pomiarów siły nacisku i ciągu, testowania produktów.
Inne maszyny i urządzenia		
Flowserve SIHI Poland Sp. z o.o. ul. Poleczki 23 02-822 Warszawa	tel. 22 335 24 80 Sales_PL@flowserve.com www.flowserve.com	Flowserve SIHI Poland (wcześniej Sterling Fluid Systems Polska) jest jednostką operacyjną Grupy Flowserve w Polsce. Oferujemy cały przekrój urządzeń techniki pompowej Grupy Flowserve, zapewniając klientom pełne wsparcie zarówno w obszarze doboru urządzeń, ich dostawy, jak i pełnej opieki posprzedażowej.
F.P.H.U "GLOBALWAG" Patrycja Rogowska ul. Elektrodowa 45K 33-300 Nowy Sącz	tel. 18 547 11 59 tel. 600 447 311 tel. 604 836 062 biuro@globalwag.pl	Firma GLOBALWAG to czołowy polski producent elektronicznych wag samochodowych, pomostowych, przemysłowych i kolejowych. Zakres naszej działalności obejmuje: projektowanie, produkcję, sprzedaż, montaż, wzorcowanie, legalizację, a także serwis, konserwację i modernizację wag różnego rodzaju. Dzięki zastosowaniu najwyższej jakości materiałów i podzespołów naszym Klientom zapewniamy produkty wyjątkowo trwałe i wytrzymałe. Inwestycja w ciągły rozwój zespołu i produkcji zapewnia klientom firmy GlobalWag profesjonalizm na najwyższym poziomie.
Teccon Sp. z o.o. Sp. komandytowa ul. Gdańska 134 62-200 Gniezno	tel. +48 61 427 79 96 e-mail: biuro@teccon.pl www.teccon.pl	Producent maszyn pakujących oraz systemów paletyzacji. W ofercie firmy znajdują się: kartoniarki jednostkowe, kartoniarki zbiorcze, systemy miksowania produktów, formierki kartonów oraz tacek, automatyczne wieczkarki kartonów, paletyzatory, transportery, maszyny prototypowe „szyte na miarę”.
P.P.H.U. Techmont Radosław Wietrzyk ul. 3 Maja 39 b 47-303 Krapkowice	tel./fax 77 407 93 00 biuro@techmont.com.pl www.techmont.com.pl	P.P.H.U. TECHMONT oferuje osłony przenośników taśmowych, zgranicznice, systemy centrujące, armatki/pulsatory powietrzne i azotowe do udrażniania zbiorników z materiałami sypkimi, system dławienia pyłów przemysłowych, tworzywa ślizgowe, trudnościaralne.
steute Polska al. Wilanowska 321 02-665 Warszawa	tel. 22 843 08 20 e-mail: info@steute.pl www.steute.pl	Niemiecka firma steute oferuje m.in. wyłączniki linkowe bezpieczeństwa, czujniki zbiegania taśmy przenośników, wyłączniki nożne oraz podzespoły systemów bezpieczeństwa maszyn. Dostępne są również wyłączniki, czujniki i kasety sterownicze w wersji przeciwwybuchowej Ex (ATEX) oraz do pracy w ekstremalnych warunkach (wysoka/niska temperatura, środowisko agresywne, zapylenie, duża wilgotność).



Jakub Syta
Zarządzanie cyberbezpieczeństwem.
Pracownicy, Procesy, Technologie
 Rok wydania: 2025
 Wydawnictwo Naukowe PWN

Od początku XXI wieku obserwujemy dynamiczny rozwój narzędzi teleinformatycznych, które przenikają przez wszystkie obszary działalności państwa, przedsiębiorstw jak i społeczeństwa. Jednak warto zauważyć, że im więcej funkcjonalności oczekujemy od tego typu narzędzi, tym bardziej złożony jest ich kod źródłowy. Im bardziej złożony jest kod źródłowy, tym więcej jest w nim luk bezpieczeństwa. Im więcej jest luk bezpieczeństwa w kodzie źródłowym, tym bardziej jesteśmy podatni na cyberzagrożenia. A im bardziej jesteśmy podatni na cyberzagrożenia, tym łatwiejszy i tym samym bardziej prawdopodobny jest cyberatak.

Jednocześnie im więcej wykorzystujemy funkcjonalności systemów teleinformatycznych, tym bardziej jesteśmy od nich zależni. A im bardziej jesteśmy zależni od systemów teleinformatycznych, tym potężniejsze mogą być skutki udanego cyberataku.

W związku z tym bardzo ważne jest, aby organizacje zaczęły kompleksowo zarządzać cyberbezpieczeństwem. Unikalnymi cechami tego poradnika są m.in.:

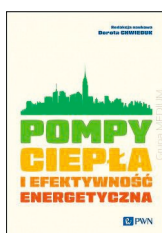
- praktyczne podejście do zarządzania cyberbezpieczeństwem;
- aktualność i istotność podejmowanych tematów;
- minimum teorii i koncentracja na konkretach;
- perspektywa biznesowa i zarządcza.

W książce „Zarządzanie cyberbezpieczeństwem” czytelnik będzie mógł znaleźć m.in. następujące obszary tematyczne:

- wskazówki dotyczące procesu zarządzania ryzykiem IT;
- modele ułatwiające identyfikację scenariuszy ryzyka IT;
- opisy procesów z zakresu zarządzania bezpieczeństwem informacji;
- charakterystykę narzędzi prewencyjnych z zakresu cyberbezpieczeństwa;
- zasady skutecznego monitorowania cyberbezpieczeństwa;
- rozważania na temat nowych narzędzi i rodzajów usług cyberbezpieczeństwa.

Publikację „Zarządzanie cyberbezpieczeństwem” polecamy przede wszystkim:

- pracownikom naukowym prowadzącym badania z zakresu nauk o bezpieczeństwie, nauk o zarządzaniu, nauk informatycznych i telekomunikacyjnych, ale również i innych dyscyplin naukowych, w szczególności z dziedziny nauk społecznych;
- przedsiębiorcom, przedstawicielom zarządów i rad nadzorczych organizacji, które z różnych powodów powinny systemowo zarządzać cyberbezpieczeństwem;
- przedstawicielom organów administracji, którzy – ustanawiając prawo – chcą kompleksowo traktować to zagadnienie;
- przedstawicielom przedsiębiorstw świadczących usługi z zakresu ochrony informacji;
- ekspertom z zakresu cyberbezpieczeństwa, którzy chcą zrozumieć szerszy kontekst wykonywanych przez siebie zadań;
- słuchaczom studiów podyplomowych, w tym studiów MBA, którzy chcą tworzyć i rozwijać swoje organizacje z uwzględnieniem ryzyka dla bezpieczeństwa informacji.



red. prof. dr hab. inż. Dorota Chwieduk
Pompy ciepła i efektywność energetyczna
 Rok wydania: 2025, wydanie I
 Wydawnictwo: PWN

Publikacja „Pompy ciepła i efektywność energetyczna” zawiera kompleksowe ujęcie podejmowanego tematu: od podstawy termodynamiki, przez rys historyczny pomp ciepła, współczesne rozwiązania i zastosowania oraz kierunki rozwoju technologicznego pomp ciepła i systemów energetycznych, w których są głównym elementem, aż po przewidywany obszar ich wykorzystania.

Czytelnik w tej publikacji – kompendium nt. pomp ciepła znajdzie m.in. odpowiedzi na następujące zagadnienia:

- efektywność energetyczna a pompy ciepła;
- rola pomp ciepła w zmniejszaniu zużycia energii;

- integracja pomp ciepła z niskotemperaturowymi sieciami ciepłowniczymi małej skali;
- przykłady obliczeniowe funkcjonowania sprężarkowych pomp ciepła;
- zastosowania pomp ciepła.

Autorami tej wyjątkowej publikacji są specjaliści, naukowcy, a jednocześnie praktycy z branży pomp ciepła – w tym jej redaktor naukowa: prof. dr hab. inż. Dorota Chwieduk, członek Komitetu Problemów Energetyki PAN i członek jego Prezydium, członek i wiceprzewodnicząca Komitetu Termodynamiki PAN, a także przewodnicząca Polskiego Towarzystwa Energetyki Słonecznej PTES-ISES.

Wydawnictwo Naukowe PWN poleca tę pozycję przede wszystkim studentom studiów I, II i III stopnia na wydziałach energetyki, inżynierii i ochrony środowiska, budownictwa i architektury. Może być również wykorzystana przez specjalistów z tej branży: projektantów, architektów, inżynierów ubiegających się o certyfikaty energetyczne, a także właścicieli, serwisantów i operatorów urządzeń chłodniczych.

Zamów prenumeratę

Prenumeratę kwartalnika „Ważenie, Dozowanie, Pakowanie” można rozpocząć w dowolnym momencie. Cena prenumeraty pozostaje bez zmian, niezależnie od zmiany stawki VAT na czasopismo. Faktura za prenumeratę zostanie przesłana wraz z pierwszym zamówionym egzemplarzem. Koszty przesyłki pokrywa Wydawnictwo. Studenci oraz uczniowie mogą skorzystać z 30-proc. zniżki, przysyłając kserokopię ważnej legitymacji szkolnej. Zniżka obejmuje również szkoły i wyższe uczelnie.

Cena prenumeraty rocznej wynosi 116 zł brutto (w tym 8% VAT).

Informacje na temat prenumeraty oraz numerów archiwalnych można uzyskać pod adresem redakcja.wdp@drukarz.pl.

Prenumeratę kwartalnika „Ważenie, Dozowanie, Pakowanie” można zamówić:

- poprzez formularz dostępny na stronie: www.wdp.com.pl/prenumerata
- wysyłając wiadomość e-mail na adres: prenumerata@industriypublisher.com

Prenumerata dostępna jest również za pośrednictwem:

- **Garmond Press** – telefon: (12) 422 14 85,
e-mail: prenumerata.krakow@garmondpress.pl
- **Kolporter Sp. z o.o.** – prenumerata instytucjonalna dostępna w oddziałach firmy. Więcej informacji pod numerem infolinii: +48 41 367 88 88 lub na stronie: www.kolporter.com.pl



Poprzedni numer

- Nowe rozwiązania firmy KIPP na targach STOM-TOOL
- IMA FOOD Poland: siła zjednoczonej marki obsługującej polski rynek
- Innowacyjne maszyny pakujące
- Ponad 1000 zadowolonych klientów!
- Innowacje Ishida poruszają kluczowe kwestie branżowe na targach IFFA
- Zwiększanie produktywności i bezpieczeństwa w produkcji żywności dzięki zintegrowanym systemom kontroli. Automatyzacja procesu poprzez łączone systemy kontroli METTLER TOLEDO
- Efektywność i niezawodność – zdecentralizowane napędy NORD w pakowaniu końcowym

Poprzednie wydania dostępne są w wersji elektronicznej na stronie www.wdp.com.pl



**Twoje rozwiązania
w centrum uwagi!**

**Chcesz dotrzeć do decydentów
i specjalistów z branży?**

Kwartalnik „Ważenie, Dozowanie, Pakowanie” jest idealnym miejscem do promocji technologii i usług. Pokaż swoją ofertę tam, gdzie liczy się jakość i innowacja.

**WAŻENIE
DOZOWANIE
PAKOWANIE**
kwartalnik techniczno-informacyjny

Napisz na adres:
redakcja.wdp@industriypublisher.com



Wiedza i nauka
w służbie przemysłu!

**Interesują Cię badania i nowe
technologie w dziedzinie ważenia,
dozowania i pakowania?**

Nasz kwartalnik łączy naukę z praktyką –
sprawdź, co nowego dzieje się w świecie
przemysłowych innowacji!

**WAŻENIE
DOZOWANIE
PAKOWANIE**

kwartalnik techniczno-informacyjny

Zamów prenumeratę:
prenumerata@industrypublisher.com