

Anna WALASZEK-BABISZEWSKA

ANALIZA BŁĘDU PRÓBKOWANIA PRZY OKREŚLANIU CHARAKTERYSTYKI ZIARNOWEJ MATERIAŁU

Streszczenie. W artykule przedstawiona została analiza teoretyczna, przykład badań laboratoryjnych i symulacyjnych dotyczące błędu próbkowania przy określaniu charakterystyki materiału uziarnionego. Charakterystyka materiału jest rozumiana jako prawdopodobieństwo jednoczesnego występowania ziarn różnych frakcji gęstościowych (lub klas ziarnowych) w materiale. Traktując pobieranie próbki jako wybór losowy ziarn spośród populacji generalnej, przedstawiono analizę statystyczną odpowiednich zmiennych losowych w próbce. Zaproponowano kryterium dokładności oszacowania całej charakterystyki materiału. Ponadto podano przykładowe wyniki analiz laboratoryjnych i badań symulacyjnych.

ANALYSIS OF SAMPLING ERROR WHEN DETERMINING GRAIN CHARACTERISTIC OF THE MATERIAL

Summary. The theoretical analysis, an example of laboratory tests and simulation of a sampling error when determining grain characteristic of the material have been presented in the paper. The characteristic of the material represents the probability of the simultaneously occurrence of grains of different density fractions or grain classes in the material. Treating a sample drawing as a random choice of grains from a general population, the statistic analysis of individual variables in a sample has been presented. The criterion of the accuracy of the characteristic estimation has been proposed. Moreover, exemplary laboratory tests and simulations have been presented.

1. Wstęp

Podstawowymi charakterystykami wielu materiałów uziarnionych, w tym surowców mineralnych przeznaczonych do dalszej przeróbki, są:

- charakterystyka składu ziarnowego reprezentująca udziały klas ziarnowych o zróżnicowanej wielkości ziarn,
- charakterystyka densymetryczna, reprezentująca udziały frakcji ziarn o zróżnicowanej gęstości.

Charakterystyki te określa się w badaniach rutynowych metodą pobierania próbek.

Obecnie istnieje duża liczba nowoczesnych przyrządów umożliwiających wyznaczenie w bardzo krótkim czasie badanej charakterystyki materiału. Przyrządy takie są ponadto wyposażone w urządzenia do cyfrowego przetwarzania i obróbki wyników pomiaru oraz do ich prezentacji graficznej i wydruku. Cechą wspólną tych przyrządów jest na ogół niewielka masa materiału w pomiarze jednostkowym. Oszacowanie nieznanej charakterystyki materiału, stanowiącego populację generalną ziarn na podstawie pomiaru charakterystyki niewielkiej próbki, może być obciążone błędem, którego wielkość będzie przedmiotem rozważań tego opracowania.

2. Charakterystyka ziarnowa materiału

Cechy fizyczne pojedynczego ziarna, jak średnica i gęstość, z punktu widzenia obserwacji całej populacji, są wielkościami losowymi. W badaniach doświadczalnych przyjmuje się na ogół pewną skończoną, rozłączną liczbę J klas ziarnowych, tj. rozłącznych przedziałów średnicy ziarn

$$(d_{j,\min}, d_{j,\max}), j = 1, 2, \dots, J.$$

Charakterystyka ziarnowa materiału jest pewną funkcją $F(d)$ średnicy ziarn d , określającą prawdopodobieństwo:

$$F(d) = P[d \in (d_{j,\min}, d_{j,\max})] = p_j, \quad j = 1, 2, \dots, J. \quad (1)$$

Miarą prawdopodobieństwa może być iloraz liczby N_j ziarn, których średnica należy do j -tego przedziału, przez ogólną liczbę N ziarn w populacji:

$$p_j = \frac{N_j}{N} \quad (2)$$

lub iloraz masy M_j ziarn, których średnica należy do j -tego przedziału przez masę M wszystkich ziarn [2]:

$$\pi_j = \frac{M_j}{M} = \frac{V_j \delta_j N_j}{V_{sr} \delta_{sr} N} = \frac{V_j \delta_j}{V_{sr} \delta_{sr}} p_j \quad (3)$$

gdzie

V_j - objętość średnia ziarn należących do j -tej frakcji,

δ_j - gęstość średnia ziarn należących do j -tej frakcji,

V_{sr} , δ_{sr} - odpowiednio: objętość i gęstość średnia ziarn w populacji, zdefiniowane tak, aby spełnione były zależności:

$$V_{sr} \delta_{sr} N = \sum_{j=1}^J V_j \delta_j N_j ; \quad \sum_{j=1}^J N_j = N$$

Tak określone miary prawdopodobieństwa p oraz π spełniają równości:

$$p_1 + p_2 + \dots + p_J = 1$$

$$\pi_1 + \pi_2 + \dots + \pi_J = 1$$

i stanowią empiryczne rozkłady prawdopodobieństwa średnicy ziarn w materiale.

Tradycyjnie, w teorii i praktyce procesów przeróbki surowców, częściej bywa stosowana miara w postaci ilorazu mas (3), natomiast w przyrządach analizujących widmo częstość występowania ziarn o określonej wielkości jest mierzona ilorazem liczby ziarn (2).

3. Charakterystyka ziarnowa w próbce

Podczas badań próbkowych estymatorami prawdopodobieństw p_j są ilorazy n_j/n , gdzie n jest licznością próbki, a n_j oznacza liczbę ziarn j -tej frakcji w próbce.

Liczby ziarn w poszczególnych klasach ziarnowych stanowią zmienną losową wielowymiarową, (X_1, X_2, \dots, X_J) , która może przyjąć wartości

$$(X_1 = n_1, X_2 = n_2, \dots, X_J = n_J), \quad (4)$$

przy czym $n_1 + n_2 + \dots + n_J = n$, a rozkład prawdopodobieństwa, przy zachowaniu losowania niezależnego, jest określony formułą rozkładu wielomianowego:

$$P(X_1 = n_1, X_2 = n_2, \dots, X_J = n_J) = \frac{n! p_1^{n_1} p_2^{n_2} \dots p_J^{n_J}}{n_1! n_2! \dots n_J!} \quad (5)$$

Liczby p_1, p_2, \dots, p_J stanowią prawdopodobieństwa wylosowania jednego ziarna o odpowiedniej średnicy z materiału podlegającego opróbowaniu, określone wg wzoru (2).

Częstości występowania ziarn należących do ustalonych klas w badanej n-elementowej próbce stanowią również zmienną losową wielowymiarową (Y_1, Y_2, \dots, Y_J) , przyjmującą wartości

$$(Y_1 = \frac{n_1}{n}, Y_2 = \frac{n_2}{n}, \dots, Y_J = \frac{n_J}{n}) \quad (6)$$

z rozkładem wielomianowym (5).

A zatem, przy wielokrotnym pobieraniu próbek, najbardziej prawdopodobna charakterystyka materiału jest określona z prawdopodobieństwem:

$$P(Y_1 = \frac{m_1}{n_1}, Y_2 = \frac{m_2}{n_2}, \dots, Y_J = \frac{m_J}{n_J}) = \frac{n! p_1^{m_1} \dots p_k^{m_k}}{(m_1)! \dots (m_J)!} \quad (7)$$

gdzie:

- 1) $m_i = \text{entier}(n+1)p_i$, $i=1, 2, \dots, J$
jeśli $(n+1)p_i$ nie jest liczbą całkowitą,
- 2) $m_i' = (n+1)p_i - 1$ i jednocześnie $m_i'' = (n+1)p_i$,
jeśli istnieją dwie najbardziej prawdopodobne liczby ziarn.

Przy tym $m_1 + \dots + m_J = n$.

Każda ze zmiennych losowych, określających liczbę ziarn wybranej frakcji lub częstość, przy losowaniu niezależnym o stałej liczbie n ziarn w próbce, podlega rozkładowi dwumianowemu:

$$P\left[Y = \frac{k}{n}\right] = P[X = k] = \binom{n}{k} p^k (1-p)^{n-k} \quad (8)$$

a wartości oczekiwane i wariancje wynoszą [2]:

$$E(X) = np, \quad D^2(X) = np(1-p) \quad (9)$$

$$E(Y) = p, \quad D^2(Y) = p(1-p)/n \quad (10)$$

Macierz kowariancji zmiennej losowej wielowymiarowej (4), reprezentującej liczbę ziarn we wszystkich klasach próbki n-elementowej, ma postać:

$$D^2_x = n \Phi, \quad (11)$$

gdzie Φ jest następującą macierzą o wymiarach $J \times J$:

$$\begin{bmatrix} p_1(1-p_1) & -p_1p_2 \dots & -p_1p_j \dots & -p_1p_j \\ -p_2p_1 & p_2(1-p_2)\dots & -p_2p_j\dots & -p_2p_j \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ -p_jp_1 & -p_jp_2 \dots & p_j(1-p_j)\dots & -p_jp_j \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ -p_jp_1 & -p_jp_2 \dots & -p_jp_j \dots & p_j(1-p_j) \end{bmatrix} = \Phi \quad (12)$$

Zaś macierz kowariancji zmiennej losowej wielowymiarowej (6), reprezentującej częstość występowania ziarn z poszczególnych klas w próbce n-elementowej wynosi:

$$D^2_y = \Phi / n \quad (13)$$

4. Kryteria dokładności oszacowania charakterystyki ziarnowej

Wektor e błędu oszacowania charakterystyki ziarnowej materiału (p_1, p_2, \dots, p_j) przez charakterystykę próbkową (6), równy różnicy tych dwóch wektorów, jest wielowymiarową zmienną losową. Miarą dokładności aproksymacji może być kwadrat normy losowego wektora błędu:

$$e^T e = \left[\left(p_1 - \frac{n_1}{n} \right)^2 + \left(p_2 - \frac{n_2}{n} \right)^2 + \dots + \left(p_J - \frac{n_J}{n} \right)^2 \right] \quad (14)$$

lub wartość oczekiwana:

$$E\{e^T e\} = \sum_r \left[\left(p_1 - \frac{n_1}{n} \right)^2 + \left(p_2 - \frac{n_2}{n} \right)^2 + \dots + \left(p_J - \frac{n_J}{n} \right)^2 \right] \frac{n! p_1^{n_1} p_2^{n_2} \dots p_J^{n_J}}{n_1! n_2! \dots n_J!} \quad (15)$$

gdzie sumowanie rozciąga się na wszystkie kombinacje liczb n_1, n_2, \dots, n_J przy stałej liczności próbki n . W kryterium (15) składowe wektora odchyłki e od charakterystyki założonej stanowią zdarzenie jednoczesne, występujące z prawdopodobieństwem określonym przez rozkład wielomianowy (5).

W badaniach doświadczalnych na ogół nie jest znana *a priori* charakterystyka ziarnowa materiału. Załóżmy, że dysponujemy serią S analiz próbkowych. W pojedynczej próbce wyniki analizy stanowią wektor :

$$\{ n_{1,s}, n_{2,s}, \dots, n_{j,s}, \dots, n_{J,s} \},$$

gdzie

$$n_{1,s} + n_{2,s} + \dots + n_{j,s} + \dots + n_{J,s} = n_s, \quad s=1,2,\dots,S.$$

Estymatory próbkowe p_j^* zawartości ziarn w j -tej klasie można wyznaczyć przez minimalizację sumy kwadratów odchyłek:

$$\sum_{s=1}^S \sum_{j=1}^J \left(p_j - \frac{n_{j,s}}{n_s} \right)^2 \rightarrow \min \quad (16)$$

Korzystając z warunku koniecznego istnienia ekstremum, po zróżniczkowaniu wyrażenia (16) względem poszukiwanych wielkości p_j i przyrównaniu pochodnych cząstkowych do zera, otrzymujemy J niezależnych równań algebraicznych, których rozwiązania mają postać:

$$p_j^* = \frac{1}{S} \sum_{s=1}^S \frac{n_{j,s}}{n_s} \quad (17)$$

Tak więc estymatorem, w sensie średniokwadratowym (16), częstości występowania ziarn j -tej klasy, jest średnia arytmetyczna zawartości tej klasy we wszystkich próbkach.

5. Wyniki badań laboratoryjnych [1]

W celu zbadania charakteru i zakresu zmian charakterystyki granulometrycznej w próbkach zostały przeprowadzone wielokrotne pomiary materiałów drobno uziarnionych: magnezji i kwarcu. Pomiary przeprowadzono za pomocą dyfraktometrycznego analizatora laserowego. Przyrząd pozwala określić zawartość 31 klas ziarnowych w zakresie od 0.9 do 200 μm . Zawartość p każdej klasy podawana jest w procentach. Na podstawie serii pomiarów charakterystyki w próbkach obliczone zostały wartości średnie, wariancje i współczynniki zmienności (błąd względny, %) zawartości poszczególnych klas ziarnowych. Wyniki badań dla 50 próbek kwarcu przedstawia tab.1. Zawartości średnie poszczególnych klas stanowią estymatory charakterystyki ziarnowej materiału. Rozrzut wyników dla poszczególnych zmiennych jest różny, a błąd względny osiąga nawet 90%.

Na rysunkach 1-3 zostały przedstawione histogramy zawartości niektórych klas ziarnowych, przy czym na osi poziomej (p) jest zawartość wybranej klasy ziarnowej, a na osi pionowej (n) liczba występowania danej wartości p w 50 pomiarach. Jak widać, charakter rozkładów empirycznych dla zawartości poszczególnych klas jest bardzo różny. Rozkłady nie są symetryczne, często też nieregularne (rys.3).

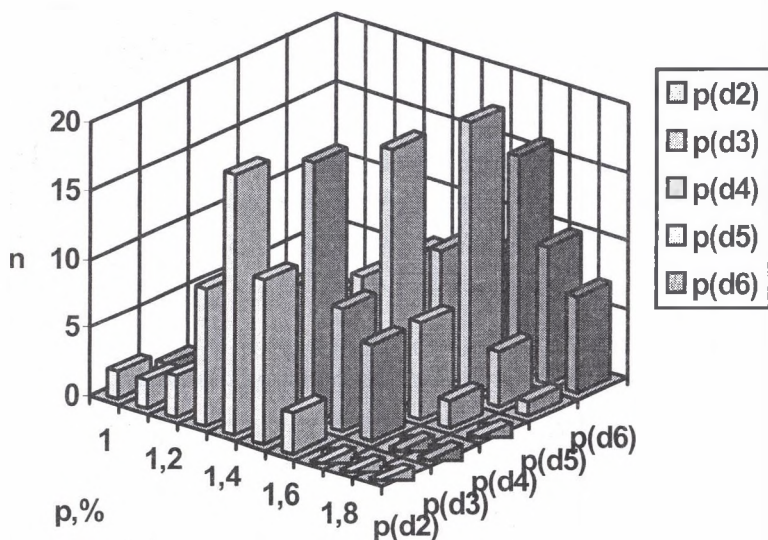
Wyniki pomiarów ilustrują wystarczająco dobitnie charakter pomiarów próbkowych oraz różny zakres ich zmienności.

Tabela1

Wartości średnie, wariancja i błąd względny zawartości poszczególnych klas ziarnowych, wyliczone na podstawie analizy 50 próbek kwarcu

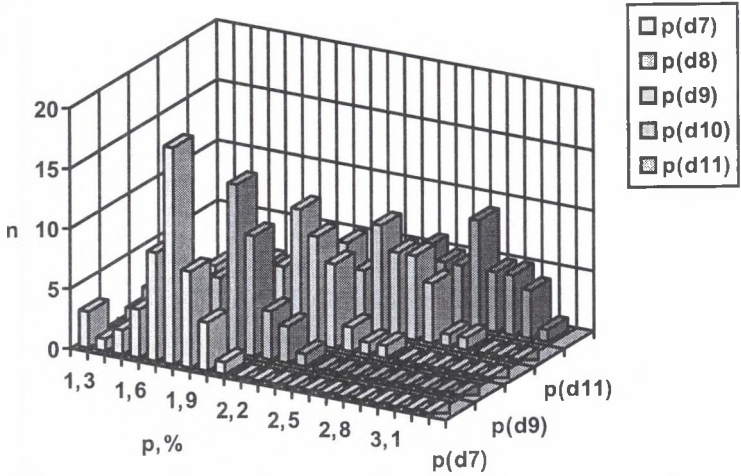
Numer klasy ziarnowej	Średnica ziarn	Zawartość średnia klasy ziarnowej	Wariancja	Błąd względny
	d, μm	p_{sr} , %	D^2 , [%] ²	$100D/p_{sr}$, %
1	0.9 - 1.2	12.712	2.81	13.2
2	1.2 - 1.3	1.376	0.0626	18.2
3	1.3 - 1.5	1.448	0.0213	10.1
4	1.5 - 1.7	1.528	0.0257	10.5
5	1.7 - 2.0	1.604	0.0257	9.99
6	2.0 - 2.3	1.678	0.0275	9.87
7	2.3 - 2.6	1.754	0.0319	10.2
8	2.6 - 3.0	1.960	0.0547	11.9
9	3.0 - 3.4	2.176	0.0557	10.8
10	3.4 - 3.9	2.478	0.0679	10.5

11	3.9 - 4.5	2.702	0.0843	10.75
12	4.5 - 5.2	3.114	0.0685	8.44
13	5.2 - 5.9	3.334	0.3566	17.91
14	5.9 - 6.8	3.636	0.0852	8.03
15	6.8 - 7.8	3.911	0.1219	8.92
16	7.8 - 8.9	4.05	0.0995	7.79
17	8.9 - 10.2	4.136	0.0751	6.625
18	10.2 - 11.7	4.188	0.0692	6.283
19	11.7 - 13.4	4.468	0.0879	6.636
20	13.4 - 15.4	4.402	0.0997	7.174
21	15.4 - 17.6	4.330	0.2046	10.45
22	17.6 - 20.2	4.269	0.2232	11.07
23	20.2 - 23.2	4.214	0.2596	12.09
24	23.2 - 26.8	3.792	1.1881	28.7
25	26.8 - 31.3	3.232	0.5753	23.47
26	31.3 - 36.7	3.484	1.2812	32.49
27	36.7 - 43.8	3.634	0.5992	20.76
28	43.8 - 53.1	3.220	0.8212	28.14
29	53.1 - 66.6	1.626	0.7776	54.23
30	66.6 - 89.1	0.804	0.5265	90.2
31	89.1 - 131.9	0.600	0.2711	86.8



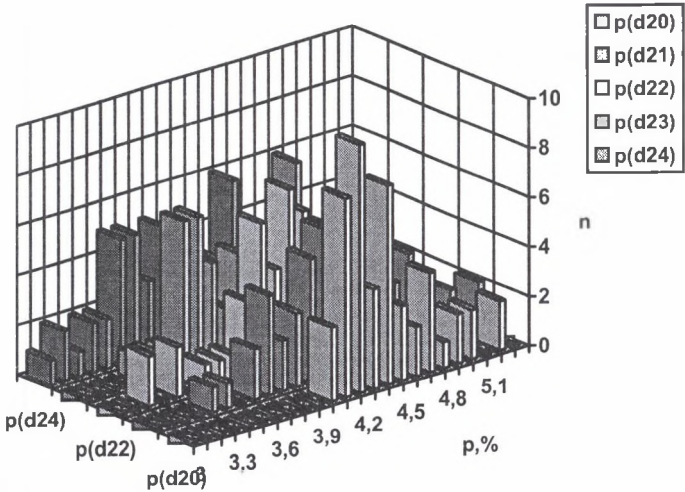
Rys. 1. Histogramy zawartości frakcji ziarn o średnicach d2-d6; n- liczba wyników pomiarów w 50 próbkach

Fig. 1. Histogram of contents of the grain fractions with grain diameter d2-d6; n- the number of the measurements in 50 samples



Rys. 2. Histogramy zawartości frakcji ziarn o średnicach d7-d11; n- liczba wyników pomiarów w 50 próbkach

Fig. 2. Histogram of contents of the grain fractions with grain diameter d7-d11; n- the number of the measurements in 50 samples



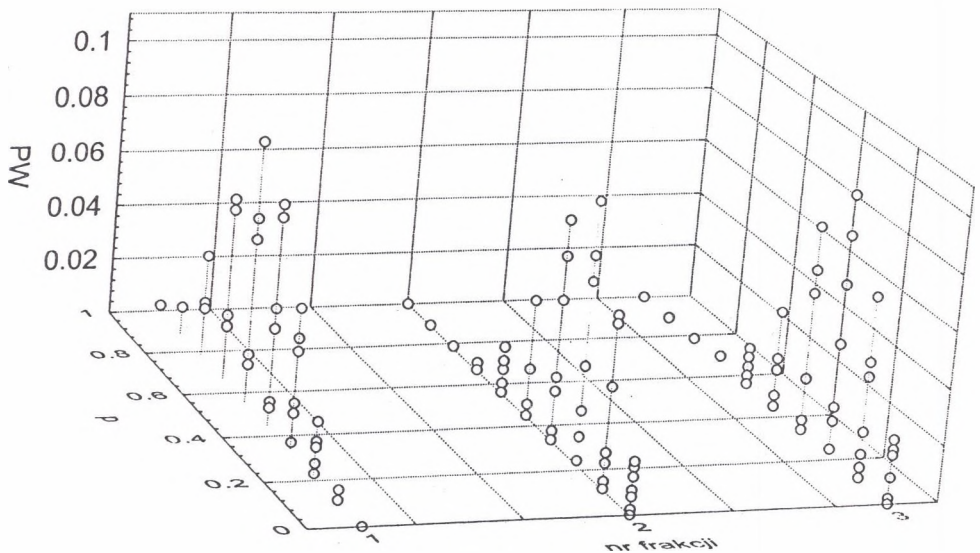
Rys. 3. Histogramy zawartości frakcji ziarn o średnicach d20-d24; n- liczba wyników pomiarów w 50 próbkach

Fig. 3. Histogram of contents of the grain fractions with grain diameter d20-d24; n- the number of the measurements in 50 samples

6. Wyniki badań symulacyjnych [3]

Przedmiotem badań symulacyjnych był kształt rozkładu wielomianowego (5) oraz błąd oszacowania charakterystyki ziarnowej (15) dla zadanych wartości charakterystyki materiału (p_1, p_2, \dots, p_j) oraz dla różnych wartości n , określających liczbę ziarn w próbce.

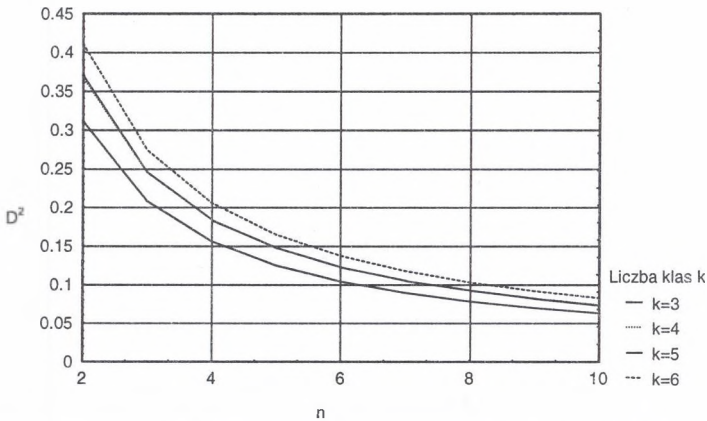
Na rys.4. przedstawiony został wyliczony według wzoru (5) rozkład wielomianowy dla próbki 9-elementowej. Przyjęto 3 klasy ziarnowe w materiale, w których prawdopodobieństwa występowania ziarn wynoszą: $p_1=0.50387$, $p_2=0.25553$ oraz $p_3=0.24060$. Przestrzeń zdarzeń elementarnych składa się z wszystkich kombinacji 3 liczb, których suma jest równa 9. Najbardziej prawdopodobne jest wystąpienie zdarzenia: $m_1=5, m_2=2, m_3=2$ (lub $5/9, 2/9, 2/9$) i wynosi $p_{\max}=0.0928$. Na rys.4. każdemu zdarzeniu odpowiadają trzy punkty, przez które przechodzi płaszczyzna jednakowego prawdopodobieństwa.



Rys. 4. Rozkład wielomianowy dla 3 frakcji w próbce 9-elementowej

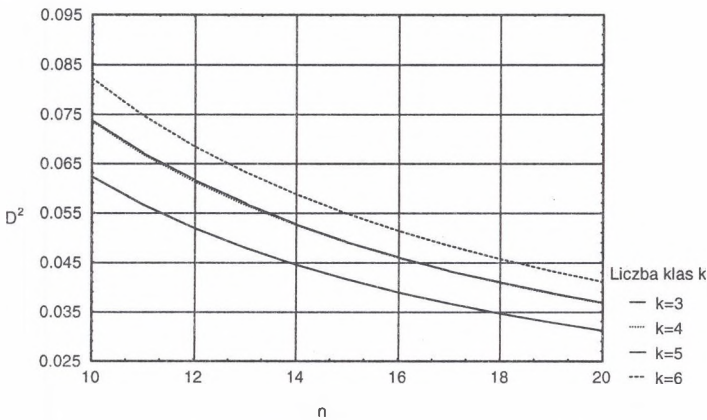
Fig. 4. The polynomial distribution function of 3 fractions in 9-elements samples

Rysunki 5 i 6 przedstawiają wyliczone według wzoru (15) błędy oszacowania zadanych charakterystyk materiału dla początkowego zakresu zmian liczby ziarn w próbkach. Obliczenia przeprowadzone zostały dla próbek o liczbie ziarn n od 1 do 450. Stwierdzono, że błąd oszacowania nieznannej charakterystyki materiału przez charakterystykę próbkową maleje odwrotnie proporcjonalnie do licznosci próbki n (podobnie jak w przypadku frakcji pojedynczej - wzór (10)), natomiast rośnie wraz ze wzrostem liczby określanych frakcji.



Rys. 5. Błąd oszacowania charakterystyki ziarnowej dla 3,4,5 i 6 klas

Fig. 5. The error of estimation of grain characteristic with 3, 4, 5 and 6 grain classes



Rys. 6. Błąd oszacowania charakterystyki ziarnowej dla 3,4,5 i 6 klas

Fig. 6. The error of estimation of grain characteristic with 3, 4, 5 and 6 grain classes

7. Zakończenie

W referacie przedstawione zostały fragmenty obliczeń i analiz dotyczące wielkości błędu opróbowania charakterystyki materiału uziarnionego. W praktyce i w normach rzadko określany jest błąd próbkowania (opróbowania) całej charakterystyki. Rozważania te można uogólnić zarówno na charakterystyki ziarnowe, jak i densymetryczne różnych materiałów, w których zawartości frakcji są określane według formuł (2) i (3). Zaproponowano kryterium oceny dokładności oszacowania całej charakterystyki ziarnowej lub densymetrycznej.

Literatura

1. Ślącza A., Walaszek-Babiszewska A., Galda Z.: Statystyczna ocena wyników pomiaru składu granulometrycznego proszków z zastosowaniem dyfraktometrycznego analizatora laserowego. Sympozjum nt. "Teoria i praktyka granulometrii subtelnych proszków i zawiesin". Rudy Raciborskie 1994.
2. Walaszek-Babiszewska A.: Modele stochastyczne opróbowania węgla. Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, seria Górnictwo, z.203, Gliwice 1992.
3. Walaszek-Babiszewska A, Mandla A.: Badania symulacyjne nad efektem pomniejszania skali eksperymentu przy separacji materiałów uziarnionych. Materiały Konferencji nt „Automatyzacja procesów przeróbki węgla”. Szczyrk 1996.

Recenzent: Dr inż. Stanisław Reiser

Wpłynęło do Redakcji 2.12.1997 r.

Abstract

Basic characteristic of many grained materials including minerals cover:

- characteristic of granular composition presenting portions of grain classes of different grain sizes,

- densimetric characteristic presenting portions of fractions of different density.

These characteristics are determined when carrying out routine tests by means of sampling. At present there are a great number of modern instruments which allow the characteristic of the material under testing to be determined in a very short time. Little mass which is in general contained in a unit measurement constitutes a common feature of these instruments. The object of this paper is to take a size of an error of estimation of unknown characteristic of a parent population on the basis of the measurement of a small sample.

In chapter 2 the grain size characteristic of the material is defined as the probability of an occurrence the grain with the diameter belonging to one of the separable intervals of diameter (1). As a measure of the probability can serve a quotient of the numbers of adequate grains (2) or a quotient of the mass of grains (3).

During sampling tests these quotients of the numbers of grains and quotients of the mass of grains in samples are estimators of unknown probabilities in a general population.

Each of random variables determining the number of grains of the selected fraction or the frequency at independent sampling with constant number of grain drawing into the sample is subject to binomial distribution (8). The multivariate random variables, the numbers of grains and the frequency at independent sampling with constant number of grain taking into the sample, are subject to polinomial distributions (5), (7).

In chapter 4 the vector of an error of grain size characteristic by sampling characteristic is defined. As a measure of accuracy of the approximation can serve a square of a norm of the random vector of the error (15).