

Marcin GNIADEK, Tomasz GAWENDA,
Damian KRAWCZYKOWSKI, Tadeusz TUMIDAJSKI
Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków

PORÓWNANIE WYNIKÓW ANALIZ SKŁADU ZIARNOWEGO PRODUKTÓW ROZDRABNIANIA WYKONYWANYCH RÓŻNYMI METODAMI ZA POMOCĄ ROZKŁADÓW ZŁOŻONYCH I FUNKCJI ROZMYCIA

Streszczenie. Na podstawie wyników analiz dla wąskich klas ziarnowych diabazu wykonanych analizatorem laserowym i analizatorem pracującym w podczerwieni (IPS-U) przeprowadzono aproksymację dystrybuant składu ziarnowego. Stanowiły one podstawę do porównań rezultatów w uzyskiwanych różnymi metodami pomiarowymi, a także pozwoliły na wstępną cenę pracy urządzeń.

THE COMPARISON OF GRAIN COMPOSITION ANALYSES RESULTS OF COMMINUTION PRODUCTS, CONDUCTED BY VARIOUS METHODS, WITH APPLICATION OF COMPLEX DISTRIBUTION FUNCTIONS AND RESOLUTION FUNCTION

Summary. In base of analyses results for narrow grain classes of diabase, which were performed by laser diffraction analyser and analyser working in infrared (Infrared Particle Sizer), the approximation of grain composition distribution functions was conducted. This was the base to comparing the results given by various measurement methods and also allowed to assess tentatively the efficiency of devices.

1. Wstęp

Podstawową cechą ziarna decydującą o jego zachowaniu się w procesach przerobczych jest jego wielkość. Pomiary wielkości ziarna prowadzone są różnymi metodami bazującymi na określonych koncepcjach, czyli zakładającymi pewne techniki przeliczeniowe (techniki złożone) lub też preferującymi pomiar bezpośredni (np. wielkość sitowa ziarna,

średnica Martina lub Fereta, itp.) [1,8]. Do najczęściej spotykanych metod analiz składu ziarnowego materiałów należą: analiza sitowa, analiza oparta na pomiarze zmian strumienia promieniowania podczerwonego, który jest rozpraszany przez poruszające się w strefie pomiaru ziarna, analiza oparta na pomiarze wymiarów cząstek za pomocą dyfrakcji światła lasera, itp.

Każda z metod daje wyniki, które uwzględniają sposób pomiaru i przyjmowane założenia przy przeliczaniu wyników podstawowych (elementarnych) na wyniki końcowe, co jest przyczyną dużych rozbieżności pomiędzy rezultatami uzyskiwanymi różnymi technikami pomiarowymi [5].

Problem ujednoczenia wyników analiz składu ziarnowego jest więc jednym z podstawowych zagadnień dla wielu dziedzin techniki, które stosują materiały drobno-uziarnione. Jednym z możliwych sposobów rozwiązania tego problemu jest zastosowanie metod teorii funkcji zmiennych losowych i rozkładów złożonych.

W prezentowanym artykule zostanie przedstawione takie podejście do analizy wyników określania składu ziarnowego dwoma metodami: dyfrakcji światła lasera oraz pomiaru zmian strumienia promieniowania podczerwonego.

2. Podstawy teoretyczne przeprowadzanych badań

Rozbieżności rozkładów cech materiału uziarnionego uzyskiwanych przy różnych sposobach analiz lub z rozkładami teoretycznymi (zakładanymi) mogą być spowodowane rozbieżnościami wynikającymi z charakterystyk metod pomiarowych [4,9,10] lub niedoskonałością teorii. W obu przypadkach oznacza to, że wartość x (teoretyczna lub pomiarowa) badanej zmiennej losowej X jest zastępowana wartością pomiarową w innej metodzie x' , którą możemy potraktować jako zaobserwowaną wartość zmiennej losowej X' (generowaną przez określoną metodę pomiarową). Zgodnie z teorią rozkładów zmiennych losowych (i sensem zagadnienia) można przyjąć, że dla określonej wartości x zmienna losowa X' ma rozkład warunkowy o gęstości $p(x'|x)$ i dystrybuancie $P(x'|x)$, gdzie x pełni praktycznie rolę parametru rozkładu zmiennej losowej X' (np. wartości średniej, gdy rozkład X' jest rozkładem normalnym). Zakładając, że badana zmienna losowa X ma rozkład o gęstości $f(x)$ (np. rozkład wielkości ziarna D), mamy na podstawie teorii rozkładów złożonych wzory określające gęstość zmiennej losowej X' [3,8,9]

$$g(x') = \int_{-\infty}^{+\infty} p(x'|x) f(x) dx \quad (1)$$

oraz jej dystrybuantę

$$G(x') = \int_{-\infty}^{+\infty} P(x'|x) f(x) dx \quad (2)$$

Funkcja $p(x'|x)$ może być nazywana funkcją rozmycia wartości x lub funkcją błędu pomiaru wartości x , a także może charakteryzować rozrzut wyników pomiarów w innej metodzie pomiarowej niż stosowana dla określenia wartości x .

Jeżeli wartości x określamy za pomocą sit, możemy potraktować funkcję $f(x)$ dyskretnie jako wychody przyjętych klas ziarnowych. Wykonywane analizy składu ziarnowego wąskich klas ziarnowych innymi metodami będą nam dawały funkcje rozmycia $p(x'|x)$.

Bardzo często można przyjąć, że funkcja rozmycia $p(x'|x)$ jest funkcją gęstości rozkładu normalnego $N(x, \sigma)$, tzn.

$$p(x'|x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \exp\left[-\frac{(x'-x)^2}{2\sigma^2}\right] \quad (3)$$

lub funkcją gęstości rozkładu logarytmiczno-normalnego.

Rozpatruje się także funkcję gęstości lub dystrybuantę rozkładu Weibulla (RRB), czyli

$$P(x'|x) = 1 - e^{-\left(\frac{x'}{x_0}\right)^n} \quad (4)$$

oraz funkcję gęstości lub dystrybuantę rozkładu Weibulla uciętego od dołu, czyli

$$P(x'|x) = 1 - e^{-\left(\frac{x'}{x-x_{\min}}\right)^n}. \quad (5)$$

3. Przygotowanie materiałów do analiz

Do badań użyto diabazu z Kopalni Diabazu i Porfiru w Krzeszowicach ze złoża Niedźwiedzia Góra. Materiał został rozdrobniony w kruszarce szczękowej, a następnie mielony w laboratoryjnym młynku kulowym, w takim czasie, aby uzyskać uziarnienie poniżej 0,315 mm. Z uzyskanej klasy ziarnowej (0; 0,315 mm) pobrano reprezentatywne próbki do analizy sitowej w celu wydzielenia wąskich klas ziarnowych (sita: 32, 40, 63, 71, 80, 100,

160 μm) oraz do analiz składu ziarnowego wykonywanych analizatorem IPS (Infrared Particle Sizer firmy Kamika) i analizatorem laserowym (Analysette 22 firmy Fritsch).

System IPS (Infrared Particle Sizer) [7] wykorzystuje metodę pomiaru w świetle przechodzącym, polegającą na tym, że strumień promieniowania podczerwonego jest rozpraszany przez poruszające się cząstki w strefie pomiaru. Strefa pomiaru ma wymiary prostokąta 6×3 mm o grubości około 150 μm . Każdej cząstce przechodzącej przez strefę pomiaru odpowiada impuls elektryczny proporcjonalny do średnicy cząstki traktowanej jako kula. W przypadku gdy cząstka nie jest kulista, amplituda impulsu zależy od sposobu ustawienia się cząstki w strefie pomiaru. W analizatorze mierzona jest więc projekcja maksymalnego wymiaru, która wynika ze sposobu oddziaływania czynnika unoszącego ziarna (w tym przypadku powietrza). Zbiór ziaren może być podzielony na 4096 klas ziarnowych, co daje rozdzielczość 0,5 μm do 2 mm dla maksymalnego zakresu pomiarowego i od 0,06 μm do 125 μm dla minimalnego zakresu pomiarowego.

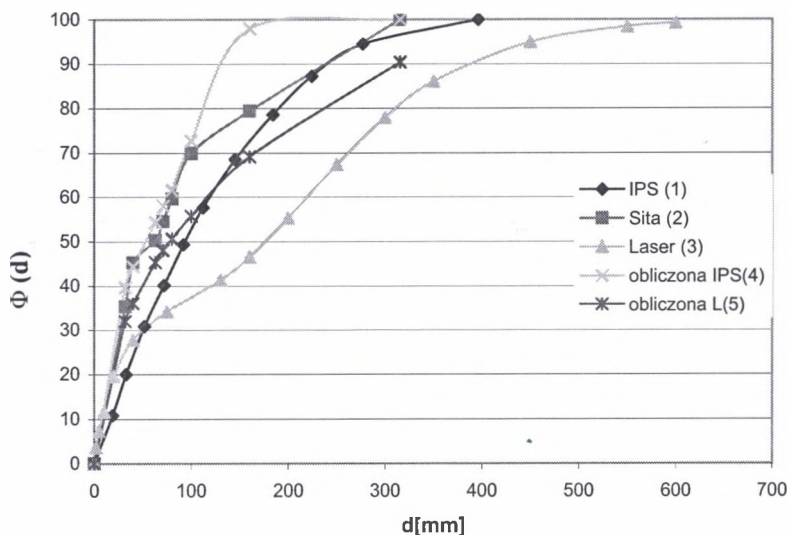
Jeśli cząstka ma kształt kuli, to jej masa jest jednoznacznie określona, jeżeli badany materiał jest jednorodny pod względem budowy mineralogicznej, natomiast gdy ma kształt wydłużony, obliczenie objętości (masy) jest obarczone błędem. Dla takich ziaren objętość oblicza się jako objętość kuli o średnicy równej wartości pomiarowej. Takie podejście powoduje zwiększenie obliczeniowej objętości (masy) cząstek. Należy jednak przyjąć, że ze względu na wielomilionowy zbiór cząstek mierzonych podczas każdego pomiaru próbki rozkład wielkości cząstek jest stabilny (powtarzalny).

W analizatorze laserowym strumień światła laserowego [4] prześwietlając całą pomiarową ulega dyfrakcji na cząstkach proporcjonalnie do ich wielkości. W momencie gdy światło lasera napotyka na populację ziaren, rozkład objętościowy ich wielkości wyrażony jest intensywnością rozkładu rozproszonego na nich światła. Rozproszenie powstaje na krawędziach rozgraniczających dwa media o różnych współczynnikach załamania światła, które to krawędzie są nowym źródłem fali. Dzięki występującej przy tym interferencji powstają dyfraktogramy – naprzemianległe jasne i ciemne, kuliste pierścienie. Zgodnie z zasadą dyfrakcji, małe cząstki załamują światło wiązki laserowej pod większymi kątami, a większe cząstki są źródłem mniejszych kątów odchylenia od osi strumienia światła, natomiast natężenie strumienia światła jest proporcjonalne do zawartości (ilości) poszczególnych cząstek. Powstały obraz dyfrakcyjny identyfikowany jest przez układ światłoczułych detektorów, a otrzymywane sygnały są wykorzystywane do obliczenia rozkładu wielkości ziarn. Stosowana jest do tego celu transformacja Fraunhofera, opisująca zjawisko dyfrakcji światła przechodzącego przez siatkę dyfrakcyjną (badaną próbkę), pozwalająca na ściśle

przeliczenie zależności między stałą siatki dyfrakcyjnej, parametrami geometrycznymi układu pomiarowego, długością fali światła a efektem dyfrakcji rejestrowanym w detektorze.

W przypadku dwóch różnej wielkości cząstek dyfraktogramy wpływają na siebie i utrudniają analizę. Potrzebne są dwa równania określające ich średnice, a dla określenia wzajemnych stosunków objętościowych obydwu klas ziarnowych mierzona jest intensywność światła załamane go w funkcji kąta załamania. Liczba równań i liczba przypadających na każde równanie elementów jest równa liczbie mierzonych klas ziarnowych. Dają one układ macierzy, których wyznaczenie pozwala określić wielkość cząstek i ich wzajemne stosunki objętościowe.

Wyniki analiz (dystrybuanty empiryczne) dla diabazu w klasie ziarnowej (0,315) μm wykonane obydwo ma metodami przedstawiono na rys. 1 (krzywe 1,2 i 3).



Rys. 1. Dystrybuanty składu ziarnowego diabazu uzyskane różnymi metodami pomiarowymi
Fig. 1. The grain composition distribution functions for diabase given by various measuring methods

Jak łatwo zauważyć, wyniki uzyskiwane tymi trzema sposobami analiz różnią się znacznie między sobą. Analizator laserowy nieznacznie zawyża wychody klas najdrobniejszych, analizator IPS zaniża wychody tych klas. Analiza sitowa daje generalnie podwyższone udziały klas drobnych.

Aby znaleźć choćby częściowe odpowiedzi na pytania dotyczące występujących rozbieżności, przeprowadzono analizę składu ziarnowego wąskich klas uzyskanych sitowo omawianymi dwoma metodami aparaturowymi. Taka analiza powinna pozwolić na wstępną

charakterystykę metod polegającą na ocenie powtarzalności typu rozkładu wielkości ziarn w metodzie i odtwarzalność rozkładu wielkości ziarn nadawy (całego materiału) na podstawie wyników analizy sitowej i analiz składu ziarnowego klas uzyskanych daną metodą.

4. Wyniki badań i aproksymacji krzywych składu ziarnowego

Po wykonaniu analiz wąskich klas ziarnowych w poszczególnych analizatorach postanowiono przeprowadzić aproksymację dystrybuant empirycznych dystrybuantami rozkładów Weibulla, Weibulla uciętego od dołu, normalnego i logarytmiczno-normalnego. Wyniki aproksymacji przedstawiono w tabelach 1 i 2.

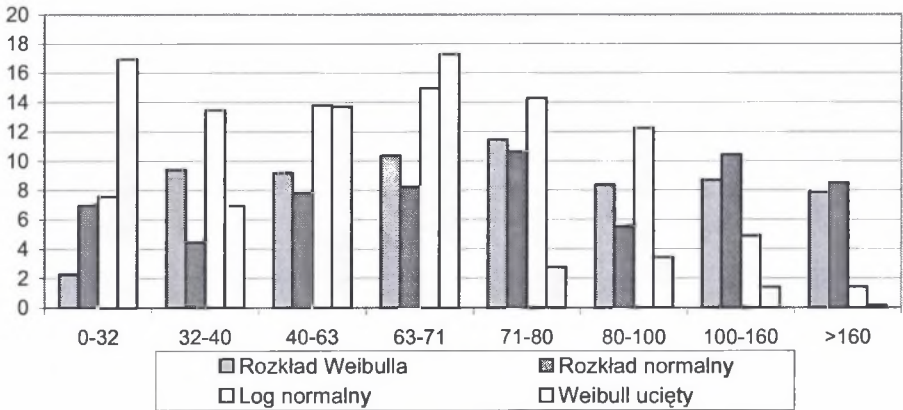
Wyniki analiz składu ziarnowego w wąskich klasach sitowych wykonywane analizatorem laserowym przebadane na zgodność z czterema wymienionymi rozkładami wykazały, że nie można wskazać rozkładu, który opisywałby wszystkie uzyskiwane krzywe składu. W tabeli 1 wyłuszczone minimalne wartości s_r (odchyleń resztkowych) dla poszczególnych dystrybuant i okazało się, że najczęściej najlepiej dobranym rozkładem jest rozkład Weibulla ucięty od dołu (klasy grube), rozkład Weibulla (klasa najdrobniejsza) i rozkład normalny (klasy pośrednie).

Tabela 1

Wyniki aproksymacji dystrybuant składu ziarnowego wąskich klas diabazu uzyskiwanych analizatorem laserowym

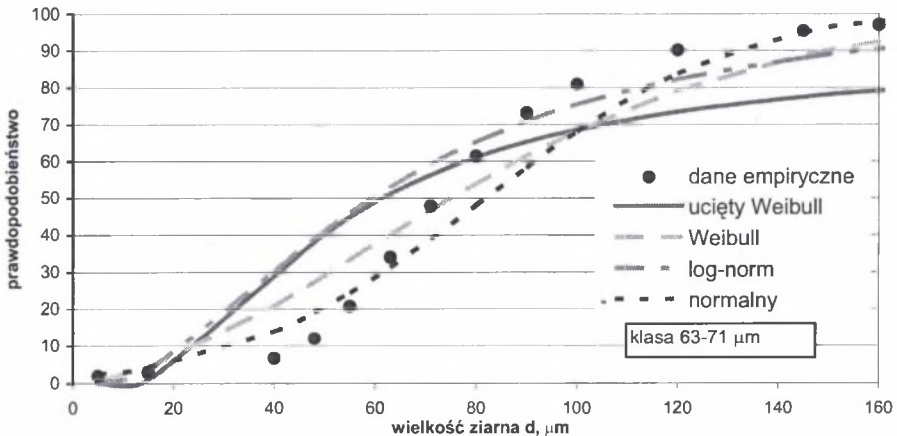
Klasa ziarnowa, μm	Rozkład Weibulla			Rozkład normalny			Log normalny			Rozkład Weibulla ucięty			
	Parametry wzoru			Parametry wzoru			Parametry wzoru			Parametry wzoru			
	n	d_0	s_r	σ	m	s_r	σ	m	s_r	n	c	d_{\min}	s_r
0-32	1,25	19,31	2,29	13,82	19,26	6,95	1,01	2,43	7,57	11,05	1,51	0,6	16,93
32-40	1,44	58,61	9,39	23,31	48,81	4,46	0,98	3,62	13,45	76,78	4,69	1,0	6,93
40-63	1,76	75,69	9,17	32,78	67,18	7,80	0,74	3,90	13,79	162,59	3,37	0,5	13,68
63-71	1,74	92,45	10,35	38,73	81,84	8,23	0,76	4,08	14,95	79,95	2,58	1,0	17,27
71-80	1,65	125,03	11,45	56,03	108,21	10,62	0,80	4,37	14,265	236,10	9,61	1,0	2,74
80-100	2,36	159,92	8,36	50,22	137,06	5,47	0,59	4,76	12,235	380,94	14,45	1,0	3,43
100-160	3,08	229,96	8,69	91,55	209,41	10,43	0,42	5,21	4,885	12,63	14,05	39	1,40
>160	3,39	353,19	7,86	128,41	322,15	8,52	0,36	5,67	1,42	17,47	13,95	45	0,14

W większości przypadków aproksymacja taka jest niezadowalająca, wartości odchyleń resztkowych s_r są zbyt duże (rys. 2). Przykład trudności aproksymacyjnych przedstawia rysunek 3, na którym pokazano dystrybuanty teoretyczne badanych czterech rozkładów dające bardzo duże wartości odchylenia resztkowego.



Rys. 2. Błędy aproksymacji dystrybuant składu ziarnowego wąskich klas diabazu uzyskiwanych analizatorem laserowym

Fig. 2. The approximation errors of grain composition distribution functions for narrow classes of diabase, given by laser analyzer



Rys. 3. Przykładowe wyniki aproksymacji dystrybuant empirycznych dystrybuantami wybranych rozkładów (analizator laserowy)

Fig. 3. The examples of results of empirical distribution functions approximation by selected distribution functions (laser analyzer)

W przypadku analizatora IPS okazało się, że najlepszą aproksymacją obowiązującą dla wszystkich wąskich klas sitowych jest aproksymacja uciętym od dołu rozkładem Weibulla (charakterystyki otrzymanych wyników aproksymacji przedstawiono w tab. 2), w odróżnieniu od aproksymacji wyników otrzymanych dla materiałów o szerokim zakresie uziarnienia

(tzn. nie wydzielonych wcześniej na sitach) rozkładem Weibulla (RRBS), który jest przyjęty w programie Compare urządzenia IPS.

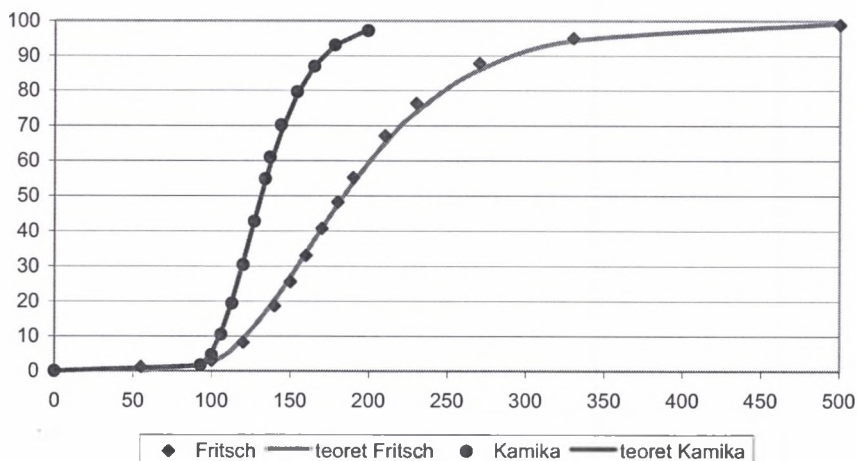
Tabela 2

Wyniki aproksymacji dystrybuant składu ziarnowego wąskich klas diabazu uzyskiwanych analizatorem IPS

Klasa ziarnowa, μm	0-32	32-40	40-63	63-71	71-80	80-100	100-160	>160
n	7,74	7,59	5,89	6,35	4,69	7,06	4,15	4,87
d_{\min}	3,00	1,00	15,00	20	30,00	35,00	77,00	78,00
c	4,10	21,41	28,34	43,50	33,19	54,60	29,15	10,01
s_r	4,58	2,93	2,79	0,89	1,20	0,72	1,08	1,57

Należy także stwierdzić, że analizator IPS pracuje w sposób bardziej jednoznaczny, a także w pewien sposób „eliminuje” klasy najdrobniejsze, nie rozszerzając zanadto zakresu wielkości ziarn w górę (rys. 4).

Dla klas najgrubszych najlepsza w obu metodach pomiarowych okazała się aproksymacja uciętym od dołu rozkładem Weibulla. Na rysunku 4 przedstawiono dla porównania wyniki dla klasy ziarnowej 100÷160 μm uzyskane aparaturowo.



Rys. 4. Wyniki aproksymacji dystrybuant uzyskanych metodami aparaturowymi (klasa 100 - 160 μm) dystrybuantą uciętą od dołu rozkładu Weibulla

Fig. 4. The results of distribution functions given by aparature methods (class 100 – 160 μm) approximation by cut from below Weibull distribution function

Na rysunku 1 zamieszczono dwie krzywe o numerach 4 i 5, które są wynikiem odtwarzania z danych uzyskanych aparaturowo dla klas, krzywej składu całego materiału, tzn. w oparciu o wzór:

$$\phi(d) = \sum_{i=1}^n a_i \cdot \phi_i(d) \quad (6)$$

gdzie: a_i – wychody klas sitowych, $\phi_i(d)$ – wartości krzywych sumarycznych dla poszczególnych granic klas (uzyskane aparaturowo).

Taki sposób przeliczania krzywych składu ziarnowego doprowadził do tego, że krzywe na rysunku 1 (4) i (5) są bardziej zbliżone do krzywej uzyskanej sitowo, zwłaszcza w zakresie ziarn drobnych. Zgodnie z logiką prowadzonych analiz krzywe te powinny być zbliżone bardziej do krzywych analiz składu ziarnowego całego materiału przeprowadzonych odpowiednimi aparatami. Poszukiwanie odpowiedzi na pytanie, dlaczego ujawniły się takie rozbieżności, wymaga dalszych badań.

5. Podsumowanie

Przeprowadzone badania sugerują, że dla miernika IPS możliwe jest przyjęcie uciętego od dołu rozkładu Weibulla, jako rozkładu dobrze opisującego skład ziarnowy w wąskich klasach sitowych. Statystyczna zależność parametrów n , d_{\min} i c od średniej wielkości ziarna w klasie sitowej są możliwe do określenia pod warunkiem przeprowadzenia dostatecznej liczby odpowiednio zorganizowanych badań. Wyniki analizy klasy 32-40 μm różnią się charakterem od pozostałych; przyczyny takiego stanu rzeczy wymagają dalszych badań dotyczących kształtu ziaren tej klasy i powtarzalności badań [2,3,6].

Jak podkreślono w pracy [11], na wyniki oznaczeń mogą mieć wpływ różne właściwości materiałów: budowa krystaliczna, skład chemiczny (gęstościowy), porowatość i charakter powierzchni. Należy także zwracać uwagę na sposób przeliczeń wielkości mierzonej bezpośrednio na wielkość ziarna, a także przyjęte uproszczenia.

Generalnie można stwierdzić, że poszukiwanie rozwiązań pozwalających na uzgodnienie wyników analiz składu ziarnowego produktów rozdrabniania materiałów skrajnie drobnych wymaga kompleksowych i dobrze zaplanowanych badań (odpowiedniego pobrania i przygotowania próbek, uśredniania, a nawet ich przechowywania). Kompleksowość tych badań wymaga równoległego prowadzenia analiz kształtu ziarn w klasach, zmian gęstości ziarn w klasach, a także analiz tekstury i struktury mineralogicznej badanych materiałów.

LITERATURA

1. Allen T.: *Particle Size Measurement*. Chapman & Hall, 1992.
2. Austin L.G., Shah I.: *A method for inter-conversion of microtrac and sieve size distributions*, Powder Technology 35, 1983, pp. 271-278.
3. Cho H., Yildirim K., Austin L. G.: *The conversion of sedigraph size distributions to equivalent sub-sieve screen size distributions*, Powder Technology 95, 1998, pp. 107-117.
4. Instrukcja obsługi laserowego miernika cząstek „Analisette 22”, materiały firmy Silesia Projekt, Katowice 1994.
5. Kordek J.: *Współczesne podejście do pomiarów granulometrycznych ziarn skrajnie drobnych*. Technika i technologia w procesach wzbogacania surowców mineralnych i odpadowych, XXVI Krakowska Konferencja Naukowo-Techniczna Przeróbki Kopalni – Ustroń 1994, Oficyna Wydawnicza Jaxa, Kraków 1994.
6. Naito M., Hayakawa K., Nakahira K., Mori H., Tsubaki J.: *Effect of particle shape on the particle size distribution measured with commercial equipment*, Powder Technology 100, 1998, pp. 52-60.
7. Specyfikacja systemu IPS-U nr 1061 – analizatora wielkości cząstek, materiały firmy Kamika Instruments, Warszawa 2002.
8. Tumidajski T., Niedoba T., Peszko B., Gawenda T.: *Ogólne zasady ujednoczenia wyników analiz składu ziarnowego wykonywanych różnymi metodami – Górnictwo i Geoinżynieria*, zeszyt 2/1, Wydawnictwa AGH, pp. 159-167, Kraków 2004.
9. Tumidajski T.: *Certain aspects of the analysis of particle size distributions of grained materials*, Arch. Min. Sci., 42, 2, 1997, pp. 305-318.
10. Tumidajski T.: *Zastosowanie metod statystycznych w analizie procesów przerobczych*, Wyd. Śląsk, Katowice, 1993.
11. Xu R., Andreina Di Guida O.: *Comparison of sizing small particles using different technologies*, Powder Technology 132, 2003, pp. 145-153.

Recenzent: Dr hab. inż. Krystian Kalinowski
Profesor Politechniki Śląskiej

Abstract

Each of methods of measuring grain composition give results, which take into consideration the manner of measurement and assumptions taken by recalculating the basic (elemental) results to the output ones. This is the cause of the big discrepancies between the results obtained by various measurement techniques.

In the following paper, the approach to the grain composition determination analysis results by two electronic methods was presented. These were laser diffraction (laser analyzer "Fritsch") and the measurement of changes of infrared stream (analyzer IPS "Kamika"). The third applied method was mechanical sieve analysis.

It was observed that the results given by these three methods of analysis were different among themselves. The laser analyzer slightly overestimates the yields of the finest classes of grains and the analyzer IPS lowers the yields of these classes. The sieve analysis gives generally overestimated percentage of fine classes.

In purpose of more precise determination of correlations between the analyses results, the analysis of narrow classes grain composition given by sieve method was conducted by the two mentioned electronic methods. The resulted empirical distribution functions were approximated by the classic distribution functions, which were Weibull, cut from below Weibull, normal and log-normal ones.

To interpret the given results concerning the grain composition of fine grinded diabase, the theories of random variables and complex distribution functions were applied. This analysis allowed to initially characterize these methods by the estimation of recurrence of certain grain size distribution functions type and estimation of reproducibility of feed (whole material) grain size distribution function in base of sieve analysis results and grain composition analyses of classes obtained by certain method.