

Ireneusz PYKA
Główny Instytut Górnictwa, Katowice

POBIERANIE I PRZYGOTOWANIE PRÓBEK PRODUKCYJNYCH WĘGLA WEDŁUG PN-90/G-04502 W ŚWIETLE POSTANOWIEŃ STARYCH I NOWYCH NORM MIĘDZYNARODOWYCH

Streszczenie. Dokonano krytycznej analizy postanowień PN-90/G-04502, Węgiel kamienny i brunatny. Metody pobierania i przygotowania próbek do badań laboratoryjnych. Postanowienia te skonfrontowano z postanowieniami ISO 1988:1975, z którą polska norma powinna być równoważna (zgodna) oraz z postanowieniami najnowszych dokumentów normalizacyjnych Międzynarodowej Organizacji Normalizacyjnej (ISO). Są to ISO 13909, w której ustalono zasady mechanicznego pobierania próbek węgla i koksu, oraz projekt normy międzynarodowej ISO/DIS 18283, w której mają być ustalone zasady ręcznego pobierania próbek węgla i koksu.

COAL SAMPLING AND SAMPLE PREPARATION ACCORDING TO THE PN-90/G-04502 IN COMPARISON WITH OLD AND NEW INTER- NATIONAL STANDARDS

Summary. Polish Standard PN-90/G-04502 dealing with the hard and brown coal sampling and sample preparation is critically analysed. It is compared with ISO 1988:1975 and the newest international standard documents on coal sampling and sample preparation. PN 90/G-04502 is to be equivalent to old standard ISO 1988:1975. The newest international standard documents are as follow: ISO 13909 (dealing with mechanical coal and coke sampling) and ISO/DIS 18283 (the draft of the standard dealing with manual method of coal and coke sampling).

1. Wprowadzenie

W celu znoszenia barier technicznych w handlu opracowuje się normy międzynarodowe. Normy międzynarodowe dotyczą również szeroko rozumianej przeróbki węgla, w tym pobierania i przygotowania próbek produkcyjnych węgla. Wiele z tych norm wprowadza się

do zbioru Polskich Norm. Aktualnie Polskie Normy mogą być wprowadzeniem norm międzynarodowych, nawet w języku oryginału [1]. Normy międzynarodowe wprowadzane do zbioru Polskich Norm są oznaczane jako PN-ISO.

Podstawowym dokumentem normalizacyjnym w zbiorze Polskich Norm, w którym ustalono zasady pobierania próbek produkcyjnych węgla, jest PN-90/G-04502. Próbki pobierane zgodnie z tą normą są wciąż podstawą pozyskiwania danych o jakości węgla, będących z kolei podstawą rozliczeń handlowych. PN-90/G-04502 jest określana jako równoważna (zgodna) z normą międzynarodową z 1975 r. - ISO 1988, *Hard coal – Sampling*. Stwierdza się, że pełna zgodność postanowień norm PN oraz ISO dotyczy [2]:

- zalecanej dokładności pobierania, przygotowania i analizy próbek,
- sposobu pobierania pojedynczych próbek pierwotnych,
- podstawowych wymagań dla urządzeń do pobierania i przygotowania próbek węgla,
- sprawdzania dokładności pobierania, przygotowania i analizy metoda próbki sześciokrotnej,
- korygowania liczby próbek pierwotnych na podstawie danych z badania próbki sześciokrotnej.

Zgodność postanowień obu norm poddano krytycznej analizie. Również pełną zgodność w wyżej wymienionym zakresie. Uwzględniając zmiany w stanie znormalizowanych procedur pobierania węgla i koksu w ISO [3,4] postanowienia PN-90/G-04502 skonfrontowano też z postanowieniami najnowszych międzynarodowych dokumentów normalizacyjnych w zakresie pobierania i przygotowania próbek węgla.

2. PN-90/G-04592 a ISO 1988:1975

Porównanie postanowień PN-90/G-04502 oraz ISO 1988:1975 można zacząć od prostego porównania ich tekstów. Nie wnikając głęboko w statystykę tekstu należy podkreślić, że norma międzynarodowa liczy 90 stron, a PN tylko 12 stron. Poziom językowy PN jest wysoki i prawdopodobnie generalnie wyższy niż poziom językowy wielu norm międzynarodowych [5]. Pomimo fleksyjności języka polskiego postanowienia PN są często zwięźlejsze i czytelniejsze niż postanowienia norm międzynarodowych. Nietrudno jednak zauważyć, że jest wątpliwe, czy na dwunastu stronach można osiągnąć równoważność z tekstem dziewięćdzie-

sięciostronicowym. Ponadto można zaryzykować stwierdzenie, że tekst polskiej normy dotyczy mimo wszystko szerszego zakresu merytorycznego niż w wypadku normy międzynarodowej, gdyż zawiera część odrębnych postanowień dotyczących przygotowania próbek węgla brunatnego, czego nie znajdziemy w ISO1988.

Można wskazać następujące ważniejsze różnice postanowień obu porównywanych norm:

- PN ustala, podobnie jak norma międzynarodowa, ważniejsze wymagania stawiane urządzeniom do pobierania i przygotowania próbek węgla, nie zajmuje się jednak stroną techniczną i nie zawiera ustaleń dotyczących zasad działania oraz przykładów ideowych rozwiązań urządzeń i sprzętu do pobierania próbek, wytyczne takie są natomiast zawarte w treści normy międzynarodowej;
- poza stwierdzeniem, że zalecane jest stosowanie metod (środków) mechanicznych do pobierania i przygotowania próbek, PN nie analizuje szerzej tego typu metod (środków);
- w przeciwieństwie do normy międzynarodowej PN dopuszcza stosowanie też innych, niż tylko polegających na wykorzystaniu pomniejszalnika przegrodowego (aparatu Jonesa), ręcznych metod mieszania i kwartowania próbek;
- zagadnienia związane z dokładnością pobierania, przygotowania i analiz (badań) próbek węgla są w PN w zasadzie jedynie zasygnalizowane; w normie międzynarodowej omówieniu podstawowych pojęć z tego zakresu, omówieniu rodzajów błędów oraz zasadom sprawdzania dokładności pobierania, przygotowania i badania próbek węgla poświęcono znacznie więcej miejsca;
- w związku z powyższym zwraca uwagę fakt, że w PN w rozdziale zatytułowanym „Zalecana dokładność pobierania, przygotowania i analizy próbek węgla” dokładność tę analizuje się uwzględniając tylko występowanie błędów losowych - których miarą jest precyzja wyników badania; w normie międzynarodowej faktycznie zasugerowano traktowanie terminu „precyzja” jako synonimu terminu „dokładność”, ale pod warunkiem że wynik badania nie jest równocześnie obciążony, czyli że na wyniki badania (analiz) próbek nie wpływają błędy systematyczne; w rzeczywistości tablica 1 w PN-90/G-04502 podaje tylko miarę precyzji czynności pobierania, przygotowania i badania próbki węgla, a nie wymaganą dokładność wyniku otrzymanego z badań pobranej i przygotowanej próbki węgla;

- należy podkreślić że ww. miara precyzji dotyczy zarówno czynności pobrania próbki, jej przygotowania, jak i oznaczenia danego parametru jakościowego; według normy międzynarodowej są to tylko zawartość wilgoci i popiołu w próbce węgla, w normie polskiej dodano też miarę precyzji wyników oznaczania ciepła spalania, a właściwie obliczanej wartości opałowej;
- sprawdzanie dokładności pobierania, przygotowania i analizy metodą sześciokrotnej próbki stanowi tylko jedną z kilku, opisanych w ISO 1988, metod sprawdzania precyzji wyników, a nie dokładności; nie powiedziano, dlaczego wybrano właśnie tę metodę, chociaż zakres jej stosowania opisano w ISO 1988;
- sposób pobierania próbek pierwotnych opisano w PN-90/G-04502 obszernie; w minimalnym stopniu podkreślono jednak zasadność podejmowania decyzji o pobieraniu próbek pierwotnych bezpośrednio z partii nieruchomych (wagony, barki, samochody itp.); nie uwzględniono faktu, że według normy międzynarodowej, stosując metody ręczne pobierania próbek, z tego typu partii węgla powinno się pobierać większą liczbę próbek pierwotnych niż z partii w postaci strugi (na taśmie przenośnika) – w szczególności dla potrzeb oznaczania zawartości popiołu w próbce węgla;
- w PN nie zajmowano się szacowaniem i minimalizowaniem błędów systematycznych, które można popełnić podczas pobierania, przygotowania i analizy próbek determinujących rzeczywistą dokładność tych czynności; norma międzynarodowa podaje takie wytyczne, gdzie miarą błędów systematycznych jest obciążenie.

Warto zwrócić uwagę, że wyżej wymienione różnice stwierdzono też w zakresie tych postanowień PN i normy międzynarodowej, które powinna cechować deklarowana pełna zgodność. Wydaje się, że wszystkie one są pochodną zwłaszcza daleko idącego skrócenia w treści PN-90/G-04502 oryginalnych zapisów pochodzących z normy międzynarodowej.

Należy podkreślić, że w Międzynarodowej Organizacji Normalizacyjnej (ISO) norma ISO 1988:1975 została uznana za dokument normalizacyjny wymagający nowelizacji, czy też wręcz poprawienia. Nie jest jednak tak, że postanowienia PN wyszły naprzeciw stwierdzonym potrzebom zmian. W końcu, po wykonaniu kilku podejść do tematu pobierania próbek węgla i koksu, w ISO podjęto decyzję o podjęciu prac nad opracowaniem dwóch nowych dokumentów normalizacyjnych pokrywających zakres merytoryczny ISO 1988:1975. Są to normy dotyczące mechanicznych metod pobierania próbek węgla i koksu [3] oraz metod ręcznych [4]. Pierwsza z tych norm została opublikowana w 2001 r. i jest aktualnie wprowa-

dzana metodą tłumaczenia do zbioru Polskich Norm jako polska norma identyczna z normą międzynarodową (PN-ISO). Druga przechodzi aktualnie etap projektu normy międzynarodowej. Jest to projekt DIS – etap zatwierdzania.

3. PN-90/G-04502 a najnowsze dokumenty normalizacyjne ISO dotyczące pobierania próbek węgla (i koksu)

Norma ISO 13909 *Hard coal and Coke – mechanical sampling* („Węgiel kamienny i koks – Mechaniczne pobieranie próbek”) składa się z ośmiu następujących części (z których te dotyczące w całości lub częściowo pobierania i przygotowania próbek węgla liczą łącznie prawie 200 stron):

Część 1: Wprowadzenie ogólne,

Część 2: Węgiel – pobieranie próbek ze strug materiału,

Część 3: Węgiel – pobieranie próbek z partii nieruchomych,

Część 4: Węgiel – przygotowanie próbek do badań,

Część 5: Koks – pobieranie próbek ze strugi materiału,

Część 6: Koks – przygotowanie próbek do badań,

Część 7: Metody oznaczania precyzji pobierania, przygotowania i badania próbek,

Część 8: Metody badań obciążenia.

Projekt normy międzynarodowej dotyczącej ręcznego pobierania próbek węgla i koksu to dokument jednoczęściowy liczący 65 stron.

Należy zaznaczyć, że w tekstach nowej normy ISO i projektu nowej normy ISO wielokrotnie powtórzono te same treści, co bez wątpienia wpłynęło również na ich łączną objętość tekstową. Oba nowe dokumenty normalizacyjne są jednak jeszcze bardziej obszernie pod względem tekstu niż ISO 1988:1975. Precyzji i obciążeniu czynności pobierania, przygotowania i analizy próbek poświęcono całe kilkudziesięciostronicowe części ISO 13909.

W stosunku do PN-90/G-04502 w zasadzie utrwalają się różnice poszczególnych postanowień stwierdzone w wyniku porównania PN z ISO 1988. Nie można stwierdzić wystąpienia większej zbieżności między PN-90/G-04502 a nowymi dokumentami normalizacyjnymi, niż to miało miejsce między tą normą a ISO 1988. Dodatkowo można mówić już o postanowieniach zawartych w nowych normach międzynarodowych alternatywnych w stosunku do postanowień PN-90/G-04502. Pojawiają się nowe pojęcia i zasady postępowania, których dotychczas w praktyce w Polsce nie stosowano podczas pobierania próbek węgla.

Między innymi w związku z potrzebą osiągnięcia odpowiedniej dokładności operacji pobierania, przygotowania i badania próbek wprowadzono podział partii na podpartie. Jest to całkiem oryginalne postępowanie podczas przygotowania schematu pobierania próbek w stosunku do postanowień PN-90/-G04502.

Dalsze ważniejsze różnice między postanowieniami PN-90/G-04502 oraz normy i projekty normy międzynarodowej [3,4] w zakresie pobierania i przygotowania próbek węgla są następujące:

- normy międzynarodowe wciąż dostarczają bardziej wyczerpującego opisu przykładów urządzeń do pobierania próbek i przygotowania próbek oraz niektórych wymagań technicznych i technologicznych, zarówno w zakresie metod ręcznych, jak i mechanicznych; jak już wspomniano, PN nie zajmuje się stroną techniczną pobierania i przygotowania próbek;
- wspomniane już różnice opisu wytycznych dotyczących błędów pobierania, przygotowania i analizy próbek węgla należy określić jako najbardziej rzutujące na przyszłe stosowanie polskiej normy; w 8-częściowej ISO 13909 dwie części poświęcono tylko i wyłącznie metodom badania błędów pobierania, przygotowania i analiz próbek węgla; w części 7. ustalono metody określania precyzji pobierania, przygotowania i badania próbek węgla, czyli metody określania błędu losowego - przypadkowego, a w części 8. ustalono metody badania obciążenia, czyli metody szacowania błędu systematycznego; w polskiej normie tym zagadnieniom poświęcono tylko dwa krótkie rozdziały, które trudno uznać nawet za próbę skrótu, czy też choćby nawiązania do postanowień starej normy międzynarodowej ISO 1988:1975; a tym bardziej w stosunku do nowych norm ISO;
- sposób sprawdzania dokładności pobierania, przygotowania i badania próbek metodą próbki sześciokrotnej, ustalony w polskiej normie, odbiega zarówno od wytycznych normy dotyczącej mechanicznego pobierania próbek, jak i projektu normy dotyczącej ręcznego pobierania próbek; w normach międzynarodowych procedurze opisanej w polskiej normie odpowiadają procedury zaczynające się od tzw. pobierania próbek z powtórzeniami i dotyczą one sprawdzania precyzji, a nie dokładności pobierania, przygotowania i badania oraz nie wyczerpują możliwych do zastosowania sposobów sprawdzania precyzji; metoda pobierania próbek z powtórzeniami wymaga natomiast według norm międzynarodowych pobrania nie sześciu próbek, ale minimum dziesięciu;

- zasadnicza różnica między postanowieniami PN i norm międzynarodowych tkwi w zasadach pobierania próbek z partii nieruchomości; PN metody ręczne traktuje jako zasadnicze, obok metod mechanicznych i nie obwarowuje tych metod takimi ograniczeniami jak normy międzynarodowe; w tych ostatnich niektóre opisane w polskiej normie sposoby pobierania próbek z partii nieruchomości są uznawane za metody pozwalające zaledwie pozyskać zgrubną informację na temat jakości węgla w danej partii (podpartii), a nie za zasadniczą metodę pobierania próbek;
- normy międzynarodowe jednoznacznie dzielą partie węgla, z których pobiera się próbki na dwa rodzaje: partie w postaci strugi (węgiel transportowany za pomocą przenośnika taśmowego) i partie nieruchome (wagony, samochody, barki, statki, składowiska, itp.); na podział taki, nie występujący w polskiej normie, łatwo nałożyć usystematyzowane zasady stosowania ręcznych i mechanicznych metod pobierania próbek (inne niż w polskiej normie), które są następujące:
 - gdy węgiel występuje w postaci strugi, próbki można pobierać stosując zarówno metody mechaniczne, jak i ręczne – oczywiście metody mechaniczne są bardziej wskazane;
 - do partii nieruchomości zaleca się stosować zwłaszcza metody mechaniczne;
 - z partii nieruchomej o dużej grubości warstwy węgla (np. ładunek statku) jest bardzo trudno pobrać reprezentatywną próbkę węgla, zarówno stosując metody mechaniczne, jak i ręczne; stąd pobieranie próbek zaleca się przeprowadzić, gdy węgiel ten znajduje się w postaci strugi – podczas załadunku lub rozładunku np. statku,
 - za najtrudniejsze uważa się pobranie reprezentatywnych próbek ze składowisk węgla, podobnie jak w wypadku innych partii nieruchomości o dużej grubości warstwy węgla; próbki takie najlepiej pobrać podczas kierowania węgla na lub zbierania węgla ze składowiska;
 - w wyjątkowych wypadkach dopuszcza się stosowanie ręcznych metod pobierania próbek do wszystkich rodzajów partii nieruchomości – metody takie zostały ustalone, ale podkreśla się, że wyniki uzyskane z badań i analiz takich próbek należy traktować bardzo krytycznie;
- stosowanie ręcznych metod pobierania próbek ma natomiast uzasadnienie, i przeważa nad metodami mechanicznymi, w wypadkach, gdy analizowane mają być niektóre parametry fizyczne węgla, np. skład ziarnowy; zastosowanie metod ręcznych gwarantuje

minimalizowanie degradacji ziarn w trakcie pobierania próbek i minimalizację obciążenia wyników takiego badania;

- pomniejszanie próbek według nowych norm międzynarodowych, podobnie jak i według polskiej normy można przeprowadzać już zarówno z zastosowaniem metod mechanicznych, jak i ręcznych, z tym że te pierwsze są preferowane; brak natomiast w tekście norm międzynarodowych opisu pomniejszania próbek węgla metodą spłaszczonego stożka - powszechnie stosowanego w polskich kopalniach węgla kamiennego; normy międzynarodowe ustalają inne ręczne metody pomniejszania próbek:
 - metodę spłaszczonej pryzmy,
 - metodę mieszania i dzielenia pasma węgla,które mają minimalizować wpływ segregacji ziarn na wyniki pomniejszania, co ma stanowić wadę metody spłaszczonego stożka;
- podobnie jak w wypadku pomniejszania próbki węgla, metoda spłaszczonego stożka nie jest zalecana w normach międzynarodowych jako metoda mieszania próbki węgla; w razie konieczności wykonania ręcznego mieszania próbki węgla normy te zalecają stosowanie ręcznego pomniejszalnika przegrodowego (aparatu Jonesa);
- w zakresie przygotowania próbek analitycznych również stwierdza się różnice między metodami ustalonymi w normie międzynarodowej i polskiej; nie są one jednak na tyle duże, żeby stwierdzić daleko idącą niezgodność tych wytycznych, może z jednym wyjątkiem, gdyż z kolei norma międzynarodowa nie wspomina nic o sposobie przygotowaniu próbki analitycznej 0,2 S.

4. Podsumowanie i wnioski

PN-90/G-04502 była do niedawna jedynym dokumentem normalizacyjnym w zbiorze Polskich Norm, w którym ustalono wytyczne pobierania próbek produkcyjnych węgla. Jej zapisy, chociaż charakteryzują się różnicami w stosunku do postanowień norm międzynarodowych i wielu norm zagranicznych [6,7,8,9,10], były jedynym polskojęzycznym dokumentem źródłowym dla wykonujących czynności pobierania i przygotowania próbek węgla. Wprowadzenie do zbioru Polskich Norm ISO 13909 (PN-ISO 13909) to nic innego jak zaaprobowanie wraz z treścią nowej normy postanowień w dużym stopniu alternatywnych do postanowień PN-90/G-04502.

ISO 13909 dotyczy mechanicznego pobierania próbek, które jest zawsze wskazywane jako preferowane. W Międzynarodowej Organizacji Normalizacyjnej uwzględniono też potrzebę ustalenia i znormalizowania procedur ręcznego pobierania próbek. Postanowienia projektu tej normy też nie są w pełni zgodne z postanowieniami PN-90/G04502. Uwzględniając wciąż kolosalne znaczenie znormalizowanych procedur ręcznego pobierania próbek w warunkach polskich docelowo norma ta też z pewnością będzie wprowadzona do zbioru Polskich Norm. Wychodząc naprzeciw ustawowej potrzebie ujednoczenia i osiągnięcia spójności postanowień polskich norm [1], trzeba będzie podjąć decyzję o przyszłym stanie dokumentów normalizacyjnych dotyczących pobierania próbek węgla (i koksu).

Zdając sobie sprawę z tego, że wiele postanowień PN-90/G-04502 nie jest spójnych nie tylko z wytycznymi norm międzynarodowych, ale i zagranicznych, dotyczących pobierania próbek węgla, wskazane będzie preferowanie wytycznych ustalonych w normach PN-ISO, a nie wytycznych PN-90/G-04502.

W związku z rozbudowaniem tekstu norm międzynarodowych interesujące wydaje się też inne rozwiązanie, a mianowicie opracowanie w oparciu o normy międzynarodowe nowej polskiej normy pozbawionej błędów i wad PN-90/G-04502.

LITERATURA

1. Ustawa o normalizacji z 12 września 2002 r., DzU Nr 169 poz. 1386.
2. PN-90/G-04502. Węgiel kamienny i brunatny. Metody pobierania i przygotowania próbek do badań laboratoryjnych.
3. ISO 13909:2001. Hard coal and coke – Mechanical sampling.
4. ISO/DIS 18283. Hard coal and coke – Manual sampling.
5. Mazik-Krysińska A.: „Co wolno Mickiewicz”, czyli o poprawnej polszczyźnie tekstów tłumaczonych. Normalizacja 9/2004.
6. ASTM D 2013–00a. Standard Practice for Preparing Coal Samples for Analysis.
7. ASTM D 2234–00. Standard Practice for Collection of Gross Sample of Coal.
8. BS 1017:1989 Sampling of coal and coke. Part 1. Methods for sampling of coal.
9. AS 4264.1 – 1995 Coal and coke – Sampling. Part 1: Higher rank coal – Sampling procedures.
10. AS 4264.4-1996 Coal and coke-Sampling. Part 4: Determination of precision and bias.

Abstract

Polish Standard PN-90/G-04502 dealing with the hard and brown coal sampling and sample preparation was prepared as equivalent to the international standard ISO 1988:1975. Some resolutions of the first mentioned standard should be exactly equivalent with some resolutions of the second. The similarity of both is critically analysed. The resolutions of Polish standard are compared with the resolutions of ISO 1988:1975 and also with resolutions of new international standard documents, like: ISO 13909:2001 (dealing with mechanical coal and coke sampling) and ISO/ DIS 18283 (the draft of the standard dealing with manual method of coal and coke sampling). These two new standards constitute revisions of ISO 1988:1975. New standard documents of ISO intensify the differences of international standards statements comparing them with PN-90/G-04502. The basic error of PN-90/G-04502 is incorrect interpretation of the accuracy and the precision of sampling and sampling preparation. There are also other differences what should be realised by all person using PN-90/G-04502. The paper is also the trial to show more important differences between PN-90/G-04502 and new ISO standards dealing with coal sampling and sample preparation. ISO 13909 is just introduced to Polish Standards and it can be foreseen that final ISO standard dealing with manual method of coal and coke sampling will be introduced to Polish Standards also. It should be decided if PN-90/G-04502 will be coexisted with new PN-ISO standards on coal sampling and sample preparation or new Polish standards PN-ISO will take PN-90/G-04502 place.