

Zdzisław NAZIEMIEC\*  
Daniel SARAMAK\*\*

## **PROBLEMY PRZY POBIERANIU I POMNIEJSZANIU PRÓBEK KRUSZYW MINERALNYCH**

W artykule poruszono problemy związane z procesem pobierania i przygotowywania do dalszych analiz próbek materiałów uziarnionych. Przedstawiono zależności pomiędzy minimalną masą próbki a jej uziarnieniem w zależności od rodzaju wykonywanej analizy. Dokonano analizy porównawczej składów granulometrycznych próbek pobranych ręcznie i automatycznie. Opisano błędy występujące przy pobieraniu i pomniejszaniu próbek, mające wpływ na uzyskiwane wyniki badań.

### **1. WSTĘP**

Pierwszą czynnością wykonywaną w badaniach kruszyw jest pobranie i pomniejszenie próbki. Właściwy sposób pobrania i pomniejszenia próbki ma zdecydowany wpływ na uzyskany wynik badania. Jak wykazały analizy wyników badań prowadzonych w laboratorium Zakładu Betonów Zapraw i Kruszyw ICiMB w Krakowie, na niepewność pomiaru wielu badań kruszyw największy wpływ posiada odpowiednie postępowanie przy poborze i pomniejszaniu próbki.

Przy pobieraniu próbek bardzo ważne jest ustalenie wielkości badanej partii, wielkości próbki ogólnej i ilości próbek pierwotnych oraz właściwe przeprowadzenie samego sposobu ich pobierania i pomniejszania, w celu uzyskania próbki laboratoryjnej. W nieaktualnych już normach PN dotyczących badań kruszyw mineralnych, zwykle podane były wielkości partii, dla których należało wykonać dane badanie. W nowych normach PN-EN [1, 2] za partię uważana jest ilość kruszywa wyprodukowana w tym samym czasie, w warunkach przyjmowanych za jednakowe. Jest to więc określenie wymagające dalszego sprecyzowania. O ile łatwo jest ustalić jednakowe warunki procesu przeróbki, to warunki związane z geologią eksploatowanych złóż mogą być bardzo zmienne. Stąd też w sytuacjach, w których istotne jest dokładne oznaczenie cech

---

\* Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych, Oddział SiMB w Krakowie, z.naziemiec@icimb.pl

\*\* AGH w Krakowie, Wydział Górnictwa i Geoinżynierii, Katedra Inżynierii Środowiska i Przeróbki Surowców, dsaramak@agh.edu.pl

jakościowych kopaliny, np. składu chemicznego należy zwiększyć częstotliwość pobierania próbek pierwotnych.

## 2. METODYKA POBIERANIA I POMNIEJSZANIA PRÓBEK

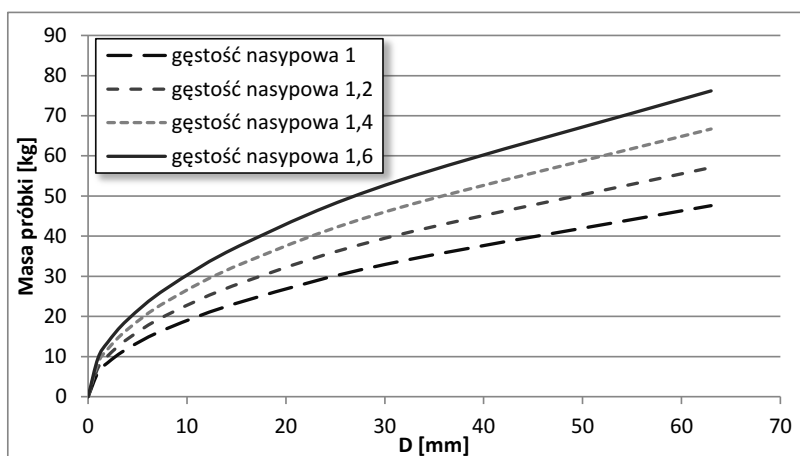
Procedura opisująca pomiar zmienności pobierania próbek i ustalenia wymaganej ilości próbek pierwotnych opisana jest w normie PN-EN 932-1, a opiera się ona na obliczeniu i porównaniu wariancji i odchylenia standardowego powtarzalności oraz wariancji i odchylenia standardowego próby.

W badaniach kruszyw w pierwszej kolejności pobierana jest próbka ogólna, z której kolejno przygotowywane są podpróbki, aż do uzyskania próbki analitycznej lub próbki do badania (w przypadku wykonywania badania na kilku próbkach). Definicje próbki ogólnej, podpróbki, próbki analitycznej, podane są w poszczególnych normach badań. Na rysunku 1 podano wielkości próbek ogólnych  $M$ , w zależności od wielkości ziaren kruszywa i gęstości nasypowej badanego materiału, obliczone z wzoru wg normy PN-EN 932-1.

$$M = 6\sqrt{D}\rho_b \quad (1)$$

gdzie:

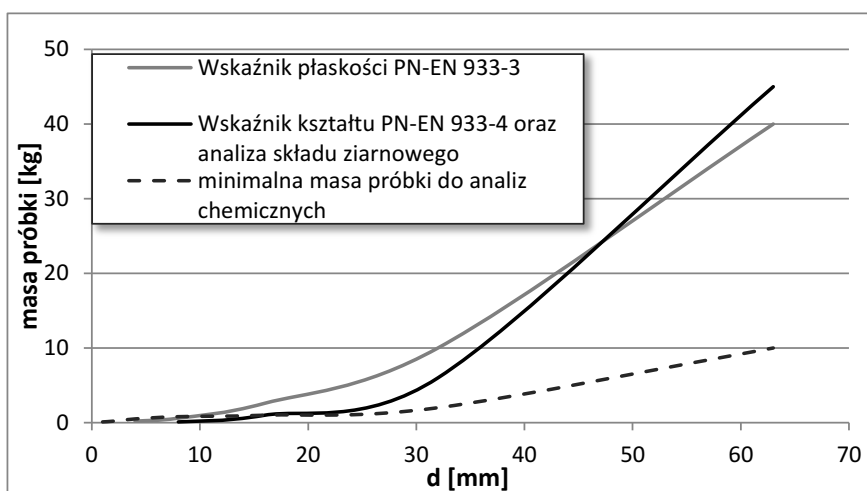
- $D$  – maksymalny wymiar ziaren [mm],
- $\rho_b$  – gęstość nasypowa w stanie luźnym [ $\text{Mg}/\text{m}^3$ ].



Rys. 1. Masa próbki ogólnej zależnie od wielkości ziaren kruszywa  $D$  i jego gęstości nasypowej  
 Fig. 1. Mass of a sample depending on the particle size distribution and bulk density

Z próbki ogólnej poprzez pomniejszanie uzyskuje się próbki analityczne przeznaczone do poszczególnych badań. W praktyce laboratoryjnej zakładów kruszywowych,

najczęściej wykonuje się analizy składu ziarnowego i oznaczenia zawartości ziaren nieforemnych. Wielkości próbek analitycznych przeznaczonych do tych badań podano na rysunku 2.



Rys. 2. Minimalne wielkości próbek w zależności od typu przeprowadzanej analizy  
Fig. 2. Minimal mass of sample depending on the type of analysis

Pomniejszanie próbki laboratoryjnej do próbki analitycznej przeznaczonej do wykonania analizy chemicznej należy przeprowadzać stosując kruszenie materiału w etapach pośrednich, tak aby masa próbki na żadnym etapie nie była mniejsza niż wartość graniczna właściwa dla danego wymiaru ziaren (linia przerywana na rys. 2). Przykładowo, jeżeli mamy próbkę kruszywa o uziarnieniu 0/32 mm, to nie możemy jej pomniejszyć (zachowując jej uziarnienie) do podpróbki o masie mniejszej niż 2 kg. Gdy masa podpróbki osiągnie wartość graniczną, materiał należy rozdrobnić do mniejszych wymiarów, w celu umożliwienia dalszego podziału. Taki sposób postępowania służy zapewnieniu reprezentatywności próbki analitycznej w stosunku do próbki laboratoryjnej.

Z obserwacji wynika, że podczas przygotowywania próbek do analizy chemicznej często popełniany jest błąd, polegający na pomniejszaniu próbek i uzyskiwaniu podpróbek o wielkości zdecydowanie mniejszej, niż podano w normie PN-EN 932-2. W takich sytuacjach konieczne jest najpierw wprowadzenie rozdrobnienia materiału próbki, a dopiero później jej pomniejszania. Do tego celu bardzo przydatne są kruszarki laboratoryjne.

Zaobserwowano również, że niekiedy laboranci stosujący metodę kwartowania, pobierają do dalszych badań tylko 1/4 dzielonej próbki, zamiast 2/4. Jak wykazały badania, taki sposób postępowania jest obciążony znacznym błędem.

### 3. PROGRAM BADAŃ

#### 3.1. OPIS PRZEPROWADZONYCH BADAŃ

Do pobierania próbek kruszyw stosuje się niekiedy urządzenia, które wykonują tę czynność automatycznie, według ustalonego programu. W jednym z zakładów przeróbki kamienia wapiennego dokonano oceny pracy urządzenia, służącego do pobierania próbek kruszywa z przenośnika taśmowego.

Zakres prac obejmował ręczny pobór próbek rozkruszonego wapienia z przenośnika, nad którym zainstalowany był próbnik automatyczny i porównanie wyników ich badań z wynikami badań próbek pobieranych w sposób automatyczny. Dla pobranych próbek wapienia wykonano analizy składu ziarnowego i składu chemicznego; wykonano 4 serie opróbowania w odstępach czasowych 105, 90 oraz 135 minut. W każdej serii pobierano łącznie 5 próbek; trzy z nich pobierano ręcznie z przenośnika, pozostałe dwie były pobierane automatycznie.

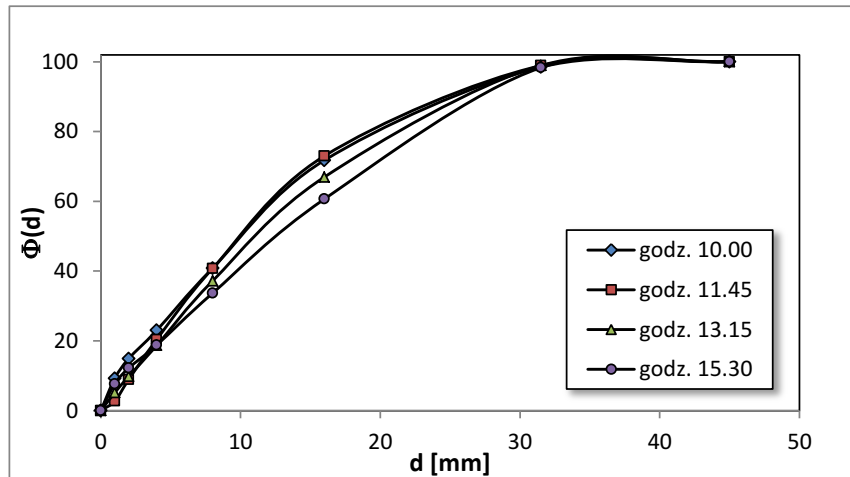
W tabeli 1 zamieszczono wyniki analiz składu ziarnowego uzyskane w I serii opróbowania. Podano skład ziarnowy wapienia pobieranego ręcznie (próbki 1, 2 i 3), wapienia pobieranego przez próbnik i zawracanego na skład suwnicowy (próbka 4) oraz wapienia uzyskanego po automatycznym pomniejszaniu w trzystopniowym kwartowniku (próbka 5).

Na rysunkach 3–5 zestawiono składy ziarnowe próbek pobieranych w poszczególnych seriach opróbowania.

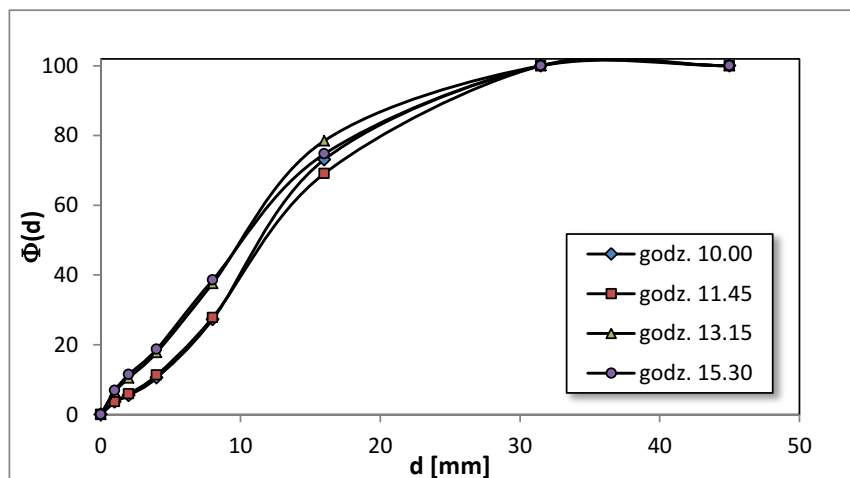
Tabela 1

Pierwsza seria opróbowania

Rozmiar sita [mm]	Pozostałość na sicie (pns) [g]				
	Próbka 1	Próbka 2	Próbka 3	Próbka 4	Próbka 5
45	0	0	0	0	0
31,5	140	100	280	0	55
16	3040	3060	3000	2834	574
8	3500	3960	3080	4831	753
4	1960	2400	1700	1766	319
2	880	1080	800	531	95
1	640	780	520	196	37
0	1000	1220	920	383	146



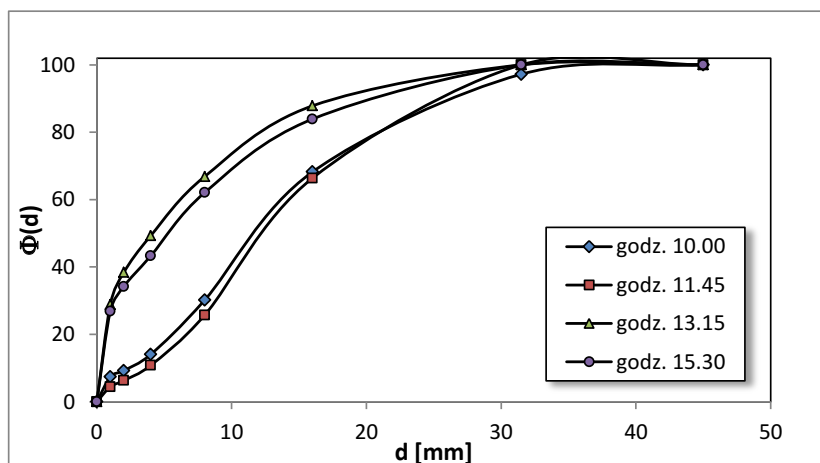
Rys. 3. Skład ziarnowy poszczególnych próbek pobieranych ręcznie z przenośnika taśmowego  
 Fig. 3. Particle size distribution of individual samples collected manually from the belt conveyer



Rys. 4. Skład ziarnowy poszczególnych próbek pobieranych przez próbnik  
 Fig. 4. Particle size distribution of individual samples collected through the probe

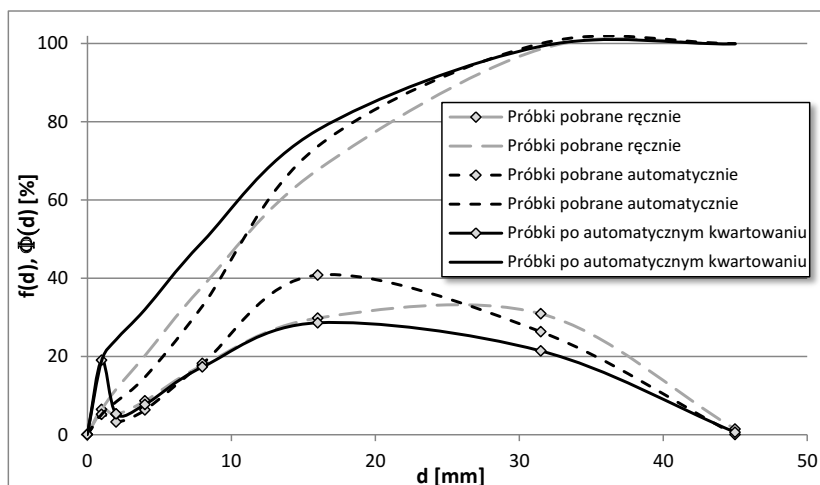
Na rysunku 6 zestawiono średnie składy ziarnowe próbek z czterech serii opróbowania. Przedstawiają one średni skład ziarnowy próbek pobranych ręcznie z przenośnika, próbek pobranych przez próbnik automatyczny oraz próbek gromadzonych w pojemniku po procesie automatycznego pomniejszania w kwartowniku. Liniami

przerwanymi na rysunku zaznaczono krzywe populacyjne (gęstości), natomiast liniami ciągłymi dystrybuanty składu ziarnowego.



Rys. 5. Skład ziarnowy poszczególnych próbek po procesie automatycznego kwartowania materiału pobranego wcześniej przez próbnik

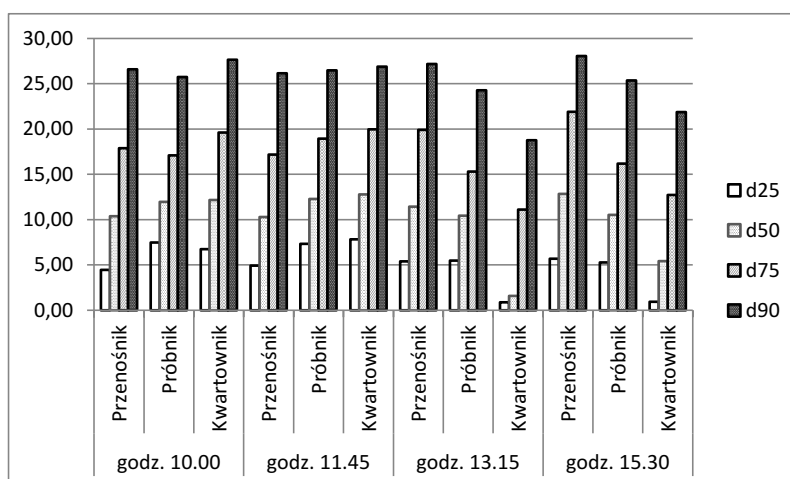
Fig. 5. Particle size distribution of individual samples after the automatic quartering of material previously collected through the probe



Rys. 6. Średnie składy ziarnowe próbek pobranych ręcznie, pobranych przez próbnik z przenośnika taśmowego oraz próbek pomniejszych automatycznie w kwartowniku

Fig. 6. Average particle size distributions of samples collected manually, through the probe and after the quartering technique

W tabeli 2 zestawiono wartości średnich wielkości ziarna i odchyłeń standardowych dla próbek pobieranych z różnych miejsc. Dokładne zestawienie wszystkich wartości średnic charakterystycznych dla poszczególnych próbek wapienia pobieranych ręcznie i automatycznie przedstawiono na rys. 7. Porównanie wartości średnic charakterystycznych, jak i wartości odchyłeń standardowych, ułatwia dokonanie oceny poprawności poszczególnych sposobów pobierania i pomniejszania próbek.



Rys. 7. Porównanie charakterystycznych średnic ziaren dla próbek z przenośnika, próbnika i kwartownika

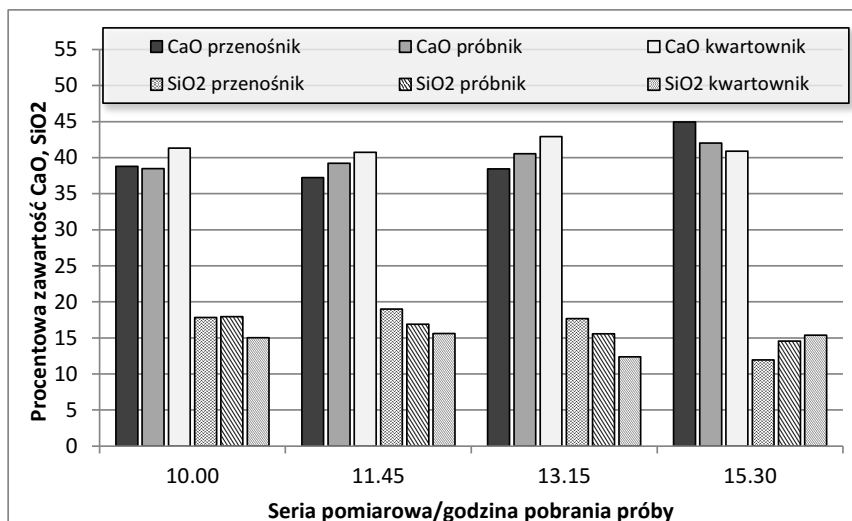
Fig. 7. A comparison of characteristic particles for samples collected manually, through the probe and after the quartering

Tabela 2

Zestawienie średnich wielkości ziarna i odchyłeń standardowych dla próbek z różnych miejsc

Pobieranie próbek	Parametr	$d_{25}$	$d_{50}$	$d_{75}$	$d_{90}$
ręcznie z przenośnika	średnia wielkość	5,10	11,24	19,22	27,00
	odchylenie standardowe	0,54	1,19	2,12	0,82
przez próbnik	średnia wielkość	6,38	11,31	16,89	25,47
	odchylenie standardowe	1,18	0,96	1,56	0,91
uzyskane z kwartownika	średnia wielkość	4,08	7,99	15,86	23,79
	odchylenie standardowe	3,70	5,42	4,60	4,22

Na rysunku 8 zamieszczono zawartości CaO i SiO<sub>2</sub> w poszczególnych próbkach pobieranych z przenośnika, pobieranych przez próbnik i w próbkach uzyskanych po procesie pomniejszania w kwartowniku.



Rys. 8. Zawartości CaO oraz SiO<sub>2</sub> w próbkach wapienia  
 Fig. 8. CaO and SiO<sub>2</sub> contents in the limestone samples

### 3.2. ANALIZA I DYSKUSJA WYNIKÓW

Porównując składy ziarnowe poszczególnych próbek, jak również oceniając ich wielkość, stwierdzono, że skład ziarnowy materiału pobieranego przez próbnik automatyczny różnił się częściowo od składu ziarnowego materiału pobieranego ręcznie z przenośnika taśmowego. W materiale pobieranym przez próbnik było mniej frakcji najdrobniejszej i najgrubszej. Mogło to wynikać z tego, że naczynie próbnika nie sięgało do samego dna niecki taśmy, a po drugie – największe kawałki materiału znajdującego się na taśmie mogły być odrzucane przez czerpak (trudno jest im dostać się do wnętrza czerpaka).

Odchylenia standardowe wartości średnic charakterystycznych  $d_{25}$ ,  $d_{50}$ ,  $d_{75}$  i  $d_{90}$  są zbliżone do siebie, co wskazuje na ustabilizowaną pracę czerpaka. Skład ziarnowy próbek gromadzonych w naczyniu po procesie kwartowania różnił się wyraźnie od składu ziarnowego próbek pobieranych z taśmy i próbek pobieranych przez próbnik automatyczny. Gromadzony w naczyniu materiał był drobniejszy od materiału znajdującego się na taśmie i od materiału pobieranego przez próbnik. Wartości średnic charakterystycznych są dla tego materiału najniższe. Odchylenia standardowe dla wartości średnic charakterystycznych materiału gromadzonego w naczyniu po procesie kwartowania są zdecydowanie wyższe niż dla próbek materiału z taśmy i z próbnika. Wskazuje to na niewłaściwą i niestabilną pracę tej części instalacji, w której dokonuje się proces pomniejszania próbek. Ponadto ilość materiału gromadzonego w naczyniu była mniejsza, niż to wynika z wymagań normy dotyczącej przygotowania próbek do



analizy chemicznej. Wszystko to powoduje, że próbka przeznaczona do wykonania analizy chemicznej nie jest reprezentatywna.

Porównując skład chemiczny próbek z próbnika i z kwartownika widać, że materiał z próbnika w trzech przypadkach charakteryzował się większą zawartością SiO<sub>2</sub> i równocześnie mniejszą zawartością CaO, niż materiał z kwartownika, czyli zatrzymywany do analizy po procesie kwartowania. W jednym przypadku było odwrotnie, dotyczyło to sytuacji, kiedy na taśmie przenośnika znajdowało się najwięcej materiału podczas całego czasu wykonywania opróbowania. Średnia zawartość CaO uzyskana dla 4 próbek wynosiła odpowiednio dla wapienia: z przenośnika taśmowego – 39,9%, z próbnika – 40,1% i z kwartownika – 41,5%, z kolei średnia zawartość SiO<sub>2</sub> wynosiła: z przenośnika – 16,6%, z próbnika – 16,3% i kwartownika – 14,6 %. Stąd największe różnice w zawartości CaO i SiO<sub>2</sub> występują dla wapienia z kwartownika.

Z analizy powyższych wyników widać, że proces automatycznego pomniejszania przez kwartowanie nie przebiegał we właściwy sposób (obarczony jest dużym błędem). Do procesu pomniejszania można wykorzystać podzielnik żeberkowy, w którym uzyskuje się dokładniejszy rozdział nadawy, niż przy podziale na cztery ćwiartki. W procesie pomniejszania ważne jest również zachowanie odpowiedniej wielkości próbki, zależnie od granulacji materiału. Kierując się danymi przedstawionymi na rysunku 2, wskazane jest zastosowanie kruszenia materiału pobieranego z taśmy przed procesem jego pomniejszania. W opisywanym przypadku podczas jednego obrotu koła czerpakowego do naczynia nabierane było z przenośnika średnio około 1,5 kg surowca o uziarnieniu 0/31 mm. Ilość ta, w świetle danych zawartych w normie PN-EN 932-1:1999, była zdecydowanie za mała. Ponadto przed dalszym podziałem próbki kruszywa o uziarnieniu 0/31 mm, w celu uzyskania pomniejszonej podpróbki do badania składu chemicznego, wymagane było zastosowanie operacji kruszenia, której w omawianym przypadku brakowało.

### 3.3. OCENA NIEPEWNOŚCI POMIARÓW

Oceniając wykonywanie określonych oznaczeń właściwości kruszyw, warto zwrócić uwagę na niepewność wykonywanych pomiarów [3]. Niepewność pomiaru  $U$  dla danego poziomu ufności określić możemy z wzoru

$$U = \frac{t_{\alpha}}{\sqrt{n}} \sigma \quad (2)$$

gdzie:

- $t_{\alpha}$  – wartość zmiennej losowej rozkładu Studenta,
- $n$  – liczba prób,
- $\sigma$  – odchylenie standardowe.

$$\sigma = \sqrt{\frac{ns^2}{n-1}} \quad (3)$$

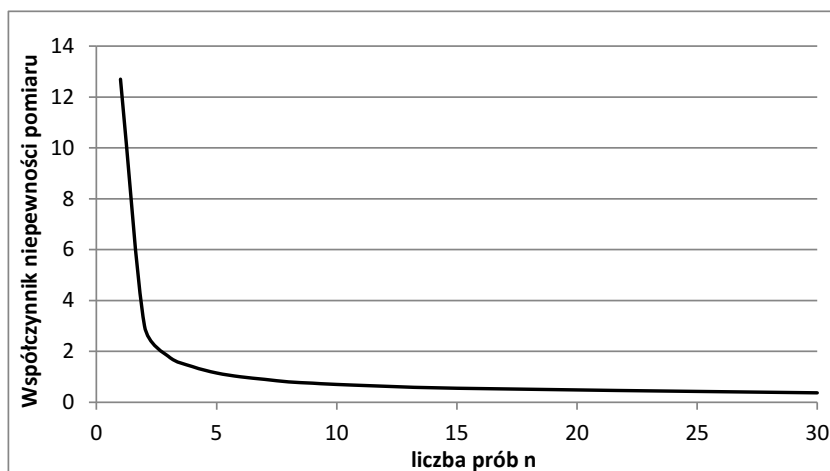
$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n} \quad (4)$$

gdzie:

$\bar{x}$  – średnia z pomiarów,

$x_i$  – pojedynczy pomiar.

We wzorze 2 podana jest wielkość, którą można określić jako współczynnik niepewności pomiaru  $t_\alpha / \sqrt{n}$ . Wartość tego współczynnika zależy od ilości analizowanych prób  $n$ . Na rysunku 9 przedstawiono przebieg zmienności tego współczynnika w zależności od ilości prób. Z wykresu widać, że wykonywanie dwóch lub trzech oznaczeń zamiast jednego w zdecydowany sposób zwiększa dokładność wykonywanego pomiaru. Dlatego w niektórych oznaczeniach wykonuje się po dwa pomiary, np. w oznaczeniu wskaźnika piaskowego, oznaczeniu ścieralności i in.



Rys. 9. Wpływ ilości pomiarów na dokładność otrzymanego wyniku  
Fig. 9. The relationship between the number of measurements and the result accuracy

#### 4. PODSUMOWANIE

Oznaczenie każdej cechy jakościowej badanego kruszywa łączy się z pobraniem i pomniejszaniem próbek. Sposób pobrania i pomniejszania próbek ma bardzo istotny wpływ na uzyskany wynik badania. Poszczególne normy badawcze opisują te proce-

dury, niemniej bardzo ważne jest tutaj doświadczenie wynikające z pobierania i pomniejszania próbek kruszyw w określonych procesach produkcyjnych. Procedury badawcze podają sposoby przyjmowania, obliczania i wyrażania wyników badań. W niektórych badaniach regułą postępowania jest uśrednienie dwóch wyników różniących się od siebie o określoną w normie wartość. W znormalizowanych procedurach badawczych podane są również odchylenia standardowe powtarzalności i odtwarzalności dla poszczególnych badań. Laboratorium stosując odpowiednie materiały odniesienia może określić własne miary precyzji występujące w swoich uwarunkowaniach. Prowadzone eksperymenty statystyczne określenia powtarzalności i odtwarzalności są istotnym elementem walidacji danej metody badawczej.

*Artykuł jest wynikiem realizacji projektu badawczego NCN nr NN 524 466 139.*

#### LITERATURA

- [1] PN-EN 932-1:1999, *Badania podstawowych właściwości kruszyw. Metody pobierania próbek.*
- [2] PN-EN 932-2:2001, *Badania podstawowych właściwości kruszyw. Metody pomniejszania próbek laboratoryjnych.*
- [3] TUMIDAJSKI T., SARAMAK D., *Metody i modele statystyki matematycznej w przeróbce surowców mineralnych*, Wyd. AGH, 2009.

#### PROBLEMS OF SAMPLING AND SIZING OF MINERAL AGGREGATE SAMPLES

The paper addresses the problems of sampling and preparation of grained material samples for further analyses.

In the first sections the relationships between the minimal mass of the sample and its particle size composition, depending on the type of analysis, were presented. It was also presented a comparative analysis of particle size compositions of samples collected manually and with using of automatic sampling devices. There were also discussed common errors occurring at sampling and sample reduction, affecting the obtained results.