

Barbara Peszko, Tomasz Niedoba**

WPŁYW KSZTAŁTU ZIAREN NA ŁĄCZNY ROZKŁAD ICH WIELKOŚCI WYZNACZONY METODĄ LICZNIKA COULTERA**

1. Wprowadzenie

Istnieje wiele technik pomiarowych wielkości ziarna. W odniesieniu do ziaren drobnych, jedną z technik jest pomiar wielkości za pomocą licznika Coultera. Metoda ta opiera się na pomiarze zmian oporności elektrolitu podczas przepływu ziaren przez kalibrowaną diafragmę. Cechuje się prostotą wykonywania pomiarów, dużą dokładnością i relatywną szybkością otrzymywania wyników. Problemem jest jednak to, że pomiary są ograniczone przez wielkość diafragmy. Z tego powodu pomiar wielkości ziaren za pomocą tego instrumentu jest możliwy w zakresie od 10 do 60% jej wielkości. Ze względu na tego typu ograniczoność badań konieczna jest wymiana diafragmy w przypadku, gdy mierzony skład ziarnowy dotyczy materiału o szerokim zakresie wymiarów. Jednak nie tylko wielkość ziarna ale również jego kształt ma wpływ na krzywą składu ziarnowego. W celu wyznaczenia całkowitego składu ziarnowego konieczne jest łączenie kilku rozkładów składowych, które otrzymywane są dla poszczególnych klas ziarnowych. Istnieje więc potrzeba syntezy rozkładów wielkości ziaren, otrzymanych dla każdej klasy (przy różnych diafragmach). Połączenie analiz drobnych ziaren jest znanym problemem w ocenie składu ziarnowego drobno zmielonych materiałów.[5, 10, 12].

Do eksperymentu jako materiał wytypowano diabaz. Odpowiednio przygotowany materiał poddano analizie granulometrycznej na liczniku CC, z wykorzystaniem diafragm o następujących średnicach: 280, 200, 140, 100, 50 μm i otrzymano pięć różnych rozkładów składowych, z których wyznaczono łączny skład ziarnowy tworząc mieszaninę rozkładów. Wyznaczono również w tych klasach współczynniki kształtu ziaren na podstawie analizy obrazu, jak również wyliczono je na podstawie składów granulometrycznych.

* Wydział Górnictwa i Geoinżynierii, Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków

** Artykuł opracowano w ramach projektu badawczego nr 11.11.100.276

W artykule zastosowano, dla każdej klasy ziarnowej analizowanej na odpowiedniej diafragmie, technikę aproksymacji za pomocą rozkładu Weibulla. Dokonano oceny wpływu kształtu ziaren na łączny skład ziarnowy.

2. Metoda pomiarowa — Licznik CC

Podstawy teoretyczne metody i prototyp urządzenia zostały przedstawione w 1956 roku przez W.H. Coultera. Początkowym zastosowaniem było zliczanie komórek krwi, później jednak przyrząd został udoskonalony, rozbudowany i przystosowany do badania składu ziarnowego różnych materiałów o rozmiarach cząstek od 0,5 do 800 μm . Urządzenie to pozwala na liczenie cząstek dowolnego pochodzenia na zasadzie pomiarów konduktometrycznych [1, 2]. Zaletą metody licznika C–C jest duża szybkość przeprowadzania analiz i ich mała pracochłonność w połączeniu z dobrą powtarzalnością i dokładnością wyników. Ponadto w procesie interpretacji wyników istnieje możliwość pominięcia gęstości badanego materiału co znacznie ułatwia analizę materiałów wielofazowych. Ograniczeniem w pomiarach tą metodą jest wielkość otworka w diafragmie. Limituje ona wielkość mierzonych ziaren, zazwyczaj mierzy się ziarna od 0,1 do 0,6 średnicy diafragmy. Każdy aparat wyposażony jest w kilka wymiennych diafragm co pozwala na zwiększenie ogólnego zakresu pomiarowego. W niektórych sytuacjach zachodzi zatem potrzeba opracowania konwersji jednego typu danych w drugi.

3. Eksperyment

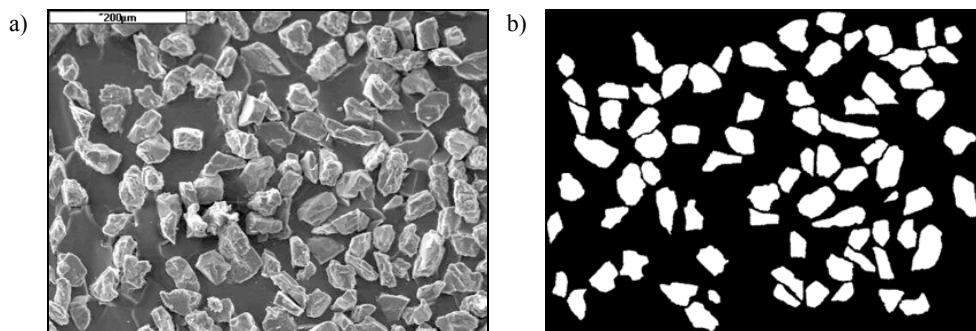
Materiałem do badań był diabaz, pochodzący z Kopalń Diabazu i Porfiru w Krzeszowicach ze złoża Niedźwiedzia Góra. Wstępnie został on rozdrobniony w kruszarce szczękowej a następnie był mielony w laboratoryjnym młynku kulowym do uziarnienia poniżej 0,315 mm. Tak przygotowany materiał rozklasyfikowano na wąskie klasy ziarnowe na następującym zestawie sit: 0,032; 0,040; 0,063; 0,071; 0,080; 0,1; 0,16mm.

Z uzyskanych klas do badań wybrano pięć: 0,032÷0,04 mm; 0,04÷0,063 mm; 0,063÷0,071 mm; 0,071÷0,08 mm oraz 0,08÷0,1 mm. Przygotowany w ten sposób materiał poddano analizie granulometrycznej na liczniku CC z wykorzystaniem diafragm o następujących średnicach: 280, 200, 140, 100, 50 μm .

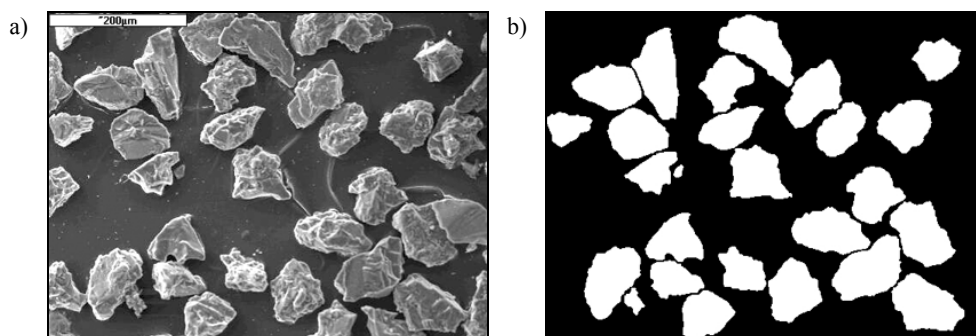
3.1. Współczynniki kształtu

Określenie kształtu ziaren w sposób jednoznaczny jest do chwili obecnej problemem bardzo trudnym. W pracy kształt ziaren wyznaczono korzystając z metod analizy obrazu. W tym celu, w każdej wąskiej klasie badanego materiału wykonano szereg zdjęć pod mikroskopem skaningowym. Były one źródłem informacji dla programów do analizy obrazów. Wy-

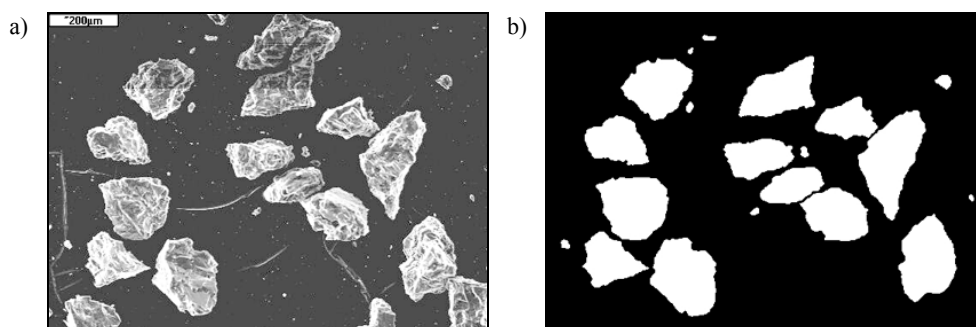
znaczenie podstawowych wielkości wykonano przy pomocy programu Aphelion. Przykładowe zdjęcia diabazu zaprezentowano na rysunkach 1–3.



Rys. 1. Diabaz — $0,032\pm 0,04$ mm:
a) zdjęcie z mikroskopu skaningowego, powiększenie 200 ×; b) obraz binarny



Rys. 2. Diabaz — $0,063\pm 0,071$ mm:
a) zdjęcie z mikroskopu skaningowego, powiększenie 200 ×; b) obraz binarny



Rys. 3. Diabaz — $0,1\pm 0,16$ mm:
a) zdjęcie z mikroskopu skaningowego, powiększenie 100 ×; b) obraz binarny

Analiza obrazu jest procesem polegającym na wyodrębnieniu z całkowitej ilości informacji tej części, która jest istotna z punktu widzenia procesu. Wynikiem analizy są dane jakościowe i ilościowe, opisujące określone cechy obrazu lub całej grupy obrazów. Interpretacja otrzymanych wyników ilościowych i podjęcie na ich podstawie odpowiednich decyzji zależy od konkretnej dziedziny nauki lub techniki, w której stosowana jest analiza obrazu [1, 3, 9, 13–16].

W analizie kształtu ziaren stosuje się wiele różnych współczynników, które pozwalają na różnorodną interpretację badanego materiału. W tym przypadku, dla pięciu wybranych klas ziarnowych wyznaczono współczynniki kształtu, których interpretacja została podana w tabeli 1 a obliczone wartości w tabeli 2 [17].

TABELA 1
Wybrane współczynniki kształtu

Współczynnik kształtu	Opis	Formuła
K_{C1} Współczynnik kolistości (cyrkularności)	Krągłość obiektu, maksymalnie równy 1 dla obiektów okrągłych.	$K_{C1} = \frac{4\pi A}{Cr^2}$
K_W Współczynnik kolistości Wadella	Stosunek obwodu ziarna do obwodu koła o powierzchni równej powierzchni ziarna	$K_W = \frac{L}{L'}$
K_1 Współczynnik wypełnienia	Liczba pikseli obszaru podzielona przez iloczyn wysokości i szerokości ziarna. Parametr jest równy 1 dla idealnego prostokąta i osiąga wartości bliskie 0 dla bardzo pustych struktur.	$K_1 = \frac{n}{x \cdot y}$
K_2 Współczynnik wypukłości	Parametr jest równy 1 dla wypukłych obszarów, a większy dla obszarów, które zawierają fragmenty wklęsłe	$K_2 = \frac{L}{2y + 2x}$
K_E Wydłużenie (w stosunku do elipsy)	Na ziarnie opisana jest elipsa o osiach a_1 (dłuższa) i b_1 (krótsza). Im wyższa jest wartość tego współczynnika tym większe jest wydłużenie ziarna, współczynnik osiąga wartości mniejsze od 1	$K_E = \frac{a_1 - b_1}{a_1 + b_1}$

gdzie:

- x — szerokość obszaru, różnica między największą i najmniejszą współrzędną X obszaru; lub średnica Fereta pozioma — $d_{F,h}$;
- y — wysokość obszaru, różnica między największą i najmniejszą współrzędną Y obszaru; lub średnica Fereta pionowa — $d_{F,v}$;
- n — liczba pikseli;
- L — obwód obiektu;
- A — pole powierzchni obiektu;
- L' — obwód koła o powierzchni równej powierzchni ziarna;
- a_1 — długość dłuższej osi elipsy opisanej na obiekcie,
- b_1 — długość krótszej osi elipsy opisanej na obiekcie.

TABELA 2

Średnie wartości wybranych współczynników kształtu dla poszczególnych klas ziarnowych diabazu

Współczynnik	Klasa ziarnowa, mm				
	0,032÷0,04	0,04÷0,063	0,063÷0,071	0,071÷0,08	0,08÷0,1
K_{Cl}	0,717	0,746	0,752	0,802	0,766
K_W	1,521	1,497	1,482	1,427	1,475
K_I	0,626	0,631	0,637	0,682	0,657
K_2	1,043	1,04	1,038	1,027	1,045
K_E	0,462	0,383	0,366	0,363	0,355

Analizując współczynniki kształtu w wąskich klasach ziarnowych diabazu stwierdzono, że w klasie 0,032÷0,04 mm (czyli dla ziaren najdrobniejszych) występują znaczne różnice w stosunku do pozostałych klas. Szczególnie daje się to zauważyć przy współczynniku K_E — wydłużenie w stosunku do elipsy. W pozostałych klasach diabazu wartości współczynników kształtu są do siebie bardzo zbliżone [11].

Współczynnik kształtu można również obliczyć na podstawie wyników analizy składu ziarnowego, obliczając różnicę pomiędzy dziewięćdziesiątym oraz dziesiątym percentylem i dzieląc ją przez medianę. Można to zapisać za pomocą wzoru

$$k = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}} \quad (1)$$

Współczynnik taki został zastosowany w wielu pracach badawczych, m.in. [6–8]. W pracy taki współczynnik został obliczony dla każdej diafragmy zastosowanej w analizie składu ziarnowego diabazu. Wyniki obliczeń współczynnika k przedstawiono w tabeli 3 (obliczony został dla wyników empirycznych oraz aproksymowanych za pomocą rozkładu Weibulla).

TABELA 3

Obliczone współczynniki k dla poszczególnych diafragm

Współczynnik k	Diafragma, μm				
	50	100	140	200	280
empiryczny	1,232	1,269	1,419	1,871	1,331
teoretyczny	1,323	1,308	1,437	1,444	1,394

3.2. Aproxymacja składu ziarnowego

Aby obliczyć łączną dystrybuantę składu ziarnowego otrzymanego za pomocą licznika Coultera, w pracy zastosowano aproksymację krzywych składu ziarnowego za pomocą rozkładu Weibulla

$$\Phi(d) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{d}{d_0} \right)^c \right] \quad (2)$$

gdzie:

- d — średnica ziarna,
- c — parametr kształtu,
- d_0 — parametr skali.

Parametry funkcji Weibulla c i d_0 zostały określone metodą linearyzacji równania (2) (metoda najmniejszych kwadratów) [5, 6, 10].

W celu uwzględnienia wpływu kształtu ziaren na otrzymaną krzywą składu ziarnowego, oprócz aproksymacji empirycznego składu ziarnowego, dokonano analogicznej aproksymacji przy uwzględnieniu mnożnika wielkości ziarna w postaci współczynników K_E oraz k . W efekcie otrzymano następujący zestaw dystrybuant rozkładu Weibulla dla poszczególnych diafragm (tab. 4).

Kolejnym krokiem było obliczenie z tak otrzymanych dystrybuant rozkładów „składowych” łącznego wzoru na dystrybuantę składu ziarnowego diabazu. Aby to zrobić, posłużymy się metodyką podaną poniżej.

Założmy, że D oznacza zmienną losową określającą wielkość ziarna. Rozdział ziarn przebiegał dwustopniowo. Najpierw wydzielono klasy 0÷32, 32÷40, 40÷63, 63÷72, 71÷80 a następnie każdą z klas poddano analizie składu ziarnowego za pomocą licznika Coultera. Wyniki uzyskane w poszczególnych klasach powtarzają się z różnym udziałem procentowym. Uzasadnione jest więc przedstawienie rozkładu zmiennej D jako mieszaniny rozkładów zmiennych D_i , $i = 1, 2, \dots, 6$, gdzie D_i oznacza zmienną losową opisującą rozkład wielkości ziarna w i -tej klasie.

Mamy więc ogólnie

$$D = p_1 D_1 + p_2 D_2 + p_3 D_3 + p_4 D_4 + p_5 D_5 \quad (3)$$

gdzie p_i oznacza udział procentowy i -tej klasy w całym rozdrabnianym materiale [11, 12].

Dystrybuanta zmiennej D jest dana wzorem

$$F(d) = \sum_{i=1}^5 p_i F_i(d) \quad (4)$$

gdzie $F_i(d)$ oznacza dystrybuantę zmiennej D_i .

TABELA 4
 Aproksymanty krzywych składu ziarnowego dla poszczególnych diafragm
 z uwzględnieniem i bez uwzględnienia współczynnika kształtu k i K_E

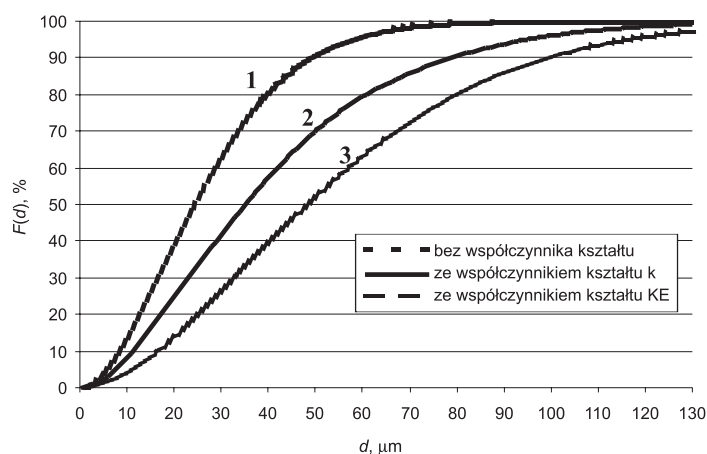
Diafragma, μm	Aproksymanty krzywych skład ziarnowego bez uwzględnienia współczynnika kształtu	Aproksymanty krzywych składu ziarnowego z uwzględnieniem współczynnika kształtu K_E	Aproksymanty krzywych składu ziarnowego z uwzględnieniem współczynnika kształtu k
50	$F_1(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{11,753}\right)^{2,2667}}$ $F_2(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{28,1257}\right)^{1,6632}}$	$F_1(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{27,37}\right)^{2,2667}}$ $F_1(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{49,7608}\right)^{2,6632}}$	$F_1(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{15,0673}\right)^{2,2667}}$ $F_2(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{35,6915}\right)^{1,6632}}$
100	$F_3(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{26,825}\right)^{2,3802}}$	$F_1(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{59,0150}\right)^{2,3802}}$	$F_3(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{38,0646}\right)^{2,3802}}$
200	$F_4(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{37,195}\right)^{2,0195}}$	$F_1(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{75,9150}\right)^{2,4035}}$	$F_4(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{69,5918}\right)^{2,4035}}$
280	$F_5(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{47,55}\right)^{2,4903}}$	$F_1(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{103,8020}\right)^{2,4403}}$	$F_5(d) = 1 - e^{-\left(\frac{d}{63,2891}\right)^{2,4403}}$

Stosując powyższą metodę dla naszych danych otrzymujemy następujący wzór na dystrybuantę składu ziarnowego diabazu:

$$F(d) = 0,08F_1(d) + 0,335F_2(d) + 0,235F_3(d) + 0,285F_4(d) + 0,065F_5(d) \quad (5)$$

gdzie, w miejsce poszczególnych dystrybuant składowych, należy wstawić otrzymane wcześniej dystrybuanty rozkładu Weibulla, zarówno dla przypadku gdzie współczynnik kształtu był uwzględniony, jak i dla przypadku gdy analizowany był empiryczny skład ziarnowy podany przez analizator Coultera.

Otrzymane wyniki przedstawiono na rysunku 4.



Rys. 4. Porównanie łącznych krzywych składu ziarnowego, z uwzględnieniem i bez uwzględnienia współczynników kształtu k i KE : Krzywa nr 1 — skład ziarnowy badanej próbki bez uwzględnienia współczynnika kształtu; Krzywa nr 2 — skład ziarnowy badanej próbki z uwzględnieniem obliczonego współczynnika kształtu k z wyników analizy granulometrycznej; Krzywa nr 3 — skład ziarnowy badanej próbki z uwzględnieniem współczynnika KE , który został wyznaczony przy pomocy analizy obrazu, wybrany arbitralnie

4. Wnioski

Przeprowadzone analizy wskazały jednoznacznie, że nieregularny kształt ziaren diabazu wpływa znacząco na otrzymywane wyniki składu ziarnowego. Przy uwzględnieniu współczynnika kształtu k , dystrybuanta składu ziarnowego jest wyraźnie przesunięta w prawo w stosunku do aproksymowanej krzywej empirycznej. Jeszcze bardziej przesuwa się gdy zastosuje się w tym celu współczynnik KE . Wskazuje to na konieczność przeprowadzania analizy kształtu ziaren jako nierozłącznej części badań składu granulometrycznego drobnych i bardzo drobnych materiałów. Ponieważ wyznaczanie współczynników kształtu na

podstawie analizy obrazu jest skomplikowane i wymagające dodatkowych badań na mikroskopie skaningowym, proponuje się obliczanie łącznego składu ziarnowego z uwzględnieniem kształtu ziarna obliczonego z wyników analizy granulometrycznej.

LITERATURA

- [1] *Allen T.*: Particle Size Measurement. Chapman & Hall, 1992
- [2] Coulter Multisizer II, Reference Manual, Coulter, 1999
- [3] *Feda J.*: Mechanics of Particulate Materials: the Principles. Development in Geotechnical Engineering, No. 30. Czechoslovak Academy of Sciences, Elsevier, Amsterdam, 1982
- [4] *Gajek L., Kaluszka M.*: Wnioskowanie statystyczne, Warszawa, WNT, 2000
- [5] *Gniadek M., Gawenda T., Krawczykowski D., Tumidajski T.*: Porównanie wyników analiz składu ziarnowego produktów rozdrabniania wykonywanych różnymi metodami za pomocą rozkładów złożonych i funkcji rozmycia. 2005
- [6] *Hayakawa O., Nakahira K., Naito M., Tsubaki J.*: Experimental analysis of sample preparation conditions for particle size measurement, Powder Technology, vol. 100, 1998, 61–68
- [7] *Inaba K., Matsumoto K.*: The development of the measurement of particle concentration using a commercial laser diffraction particle size analyser, Advanced Powder Technology, vol. 10, 1999, 89–105
- [8] *Naito M., Hayakawa O., Nakahira K., Mori H., Tsubaki J.*: Effect on particle shape on the particle size distribution measured with commercial equipment, Powder Technology, vol. 100, 1998, 52–60
- [9] *Peszko B., Kordek J., Niedoba T., Krawczykowska A.*: The analysis of shape coefficients for selected raw materials, Journal of Applied Sciences (lista filadelfijska), vol. 7, 2007, 2084–2087
- [10] *Peszko B., Niedoba T., Szymańska-Czaja M.*: Składanie rozkładów wielkości ziaren otrzymanych z różnych metod pomiarowych. Górnictwo i Geoinżynieria, vol. 3/1, 2006, 279–295
- [11] *Peszko B., Niedoba T.*: Evaluation of granulometric analyses of narrow particle fractions for chosen materials. Proceedings of 15th Regional Symposium on Chemical Engineering (RSCE) and 22nd Symposium of Malaysian Chemical Engineering (SOMChE), CD, Kuala Lumpur, Malezja, 2008
- [12] *Peszko B., Niedoba T.*: Synthesis of grain size distribution functions determined by the Coulter Counter method. XXIV International Mineral Processing Congress, Beijing, 2008
- [13] *Russ J.C.*: Practical Steorology. Plenum. New York, 1986
- [14] *Serra J.*: Image Analysis and Mathematical Morphology. Academic Press, 1982
- [15] *Tadeusiewicz R., Korohoda P.*: Komputerowa analiza i przetwarzanie obrazów. Wydawnictwo Fundacji Postępu Telekomunikacji, Kraków, 1997
- [16] *Wojnar L., Kurzydłowski K.J., Szala J.*: Praktyka analizy obrazu. Polskie Towarzystwo Stereologiczne, Kraków, 2002
- [17] *Xu R., di Guida O.A.*: Comparison of sising small particles using different technologies, Powder Technology, 132, 2003, 145–153