

Prof. dr hab. inż. Petr DOLEŽAL
Mgr inż. Jolanta KRÓLCZYK
Dr hab. inż. Marek TUKIENDORF prof. P.O.
Wydział Mechaniczny, Politechnika Opolska



ZPORR
Zintegrowany Program
Operacyjny
Rozwoju Regionalnego



Praca powstała przy współfinansowaniu ze środków Europejskiego Funduszu Społecznego Unii Europejskiej oraz ze środków budżetu państwa

PROBLEMY POBIERANIA I ANALIZOWANIA PRÓBEK WIELOSKŁADNIKOWYCH MATERIAŁÓW ZIARNISTYCH W TECHNOLOGIACH PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO®

W artykule przedstawiono problemy towarzyszące technikom pobierania wieloskładnikowych, niejednorodnych materiałów ziarnistych. Porównano wyniki analizy jakości mieszaniny ziarnistej otrzymanej na skutek różnego sposobu poboru próbek z gotowego produktu. Próbkowaniu został poddany dziesięcioskładnikowy niejednorodny układ ziarnisty stosowany w technologiach przemysłu spożywczego. Analiza porównawcza jakości otrzymanej mieszaniny wykazała różną jakość w zależności od sposobu poboru próbek do analizy.

Słowa kluczowe: wieloskładnikowe materiały ziarniste, niejednorodne materiały ziarniste, próbobierz, techniki pobierania próbek.

WPROWADZENIE

O jakości mieszaniny w przypadku materiałów ziarnistych można wnioskować na podstawie analizy próbek pobranych z wnętrza mieszalnika, silosu lub z opakowania. Wówczas możliwa jest analiza jakości otrzymanego produktu. W odróżnieniu od wielu układów ciekłych czy gazowych w praktyce przemysłowej mieszaniny ziarniste nigdy nie uzyskują stanu idealnie jednorodnego i dlatego technika poboru próbek, jak również wyniki analizy i sposób ich prezentacji determinują poprawność uzyskanych wyników odpowiadających rzeczywistemu stanowi mieszaniny. Błędy w procedurze poboru próbek prowadzą do wyciągnięcia niewłaściwych wniosków dotyczących obserwacji stanu mieszaniny w zbiornikach oraz jakości otrzymanych produktów. W analizie przyjmowane jest a priori, iż liczba pobranych próbek, będzie reprezentowała całą mieszaninę [1].

Właściwy rozmiar pojedynczej próbki, określony liczbą zawartych w niej ziaren, właściwy dobór ilości próbek oraz odpowiednia technika pobierania i analizowania próbek stanowią kluczowe zagadnienia oceny stanu mieszaniny.

Pobranie zbyt małej próbki mieszaniny powoduje otrzymanie rozproszonych danych do obliczenia wariancji. Zbyt duże próbki mogą sugerować, iż mieszanina jest lepsza niż jest w rzeczywistości. Williams [6] udowodnił, iż im więcej ziaren jest w próbce oraz im lepsze i dłuższe jest mieszanie, tym populację ziarnową charakteryzuje niższa wartość odchylenia standardowego. Próbki powinny zawierać przynajmniej kilkaset ziaren. Wpływ kinetyki mieszania oraz proporcji składników traci wówczas istotne znaczenie. W warunkach przemysłowych rozmiar próbki określony jest wymiarem

produktu mieszania i może wynikać z jednostki opakowania. Do tej pory nie ma kompleksowej, analitycznej metody pozwalającej określić optymalny rozmiar próbki [3, 5]. Ważne jest, aby próbka była reprezentatywna, tzn. dobrze charakteryzowała skład całej mieszaniny [1].

Liczba próbek, czyli rozmiar próby, wpływa na oszacowanie wartości średniej oraz wariancji mieszaniny. Im więcej próbek zostanie pobranych z mieszaniny, tym bardziej estymator wariancji zbliży się do prawdziwej wartości σ^2 . Jednak wzrost liczby próbek zwiększa koszt szacowania stanu mieszaniny [1].

Informację o polu koncentracji składnika kluczowego w mieszaninie uzyskuje się przez pobieranie próbek i analizę ich składu. W większości przypadków procedurę pobierania próbek regulują odpowiednie normy. Zgodnie z polską normą PN-R-71603:1994 (Materiał siewny – Pobieranie próbek nasion) urządzenie do mechanicznego pobierania próbek nazywa się próbobierzem. Sposób pobierania próbek uzależniony jest od badanego materiału. Dla nasion sypkich zaleca się pobieranie próbek próbobierzem, natomiast dla nasion niesypkich, próbki pierwotne powinny być pobierane ręką, szufelką lub kubkiem. Pobrane próbobierzem ziarna są następnie analizowane różnymi metodami, dostosowanymi do rodzaju materiału. Nasiona roślin są zwykle ręcznie rozdzielane. W celu określenia pola koncentracji w zbiorniku, mieszalniku czy w worku pobór próbek odbywa się w wielu miejscach jednocześnie. W mieszalniku próbobierz powinien być zanurzony w różnych punktach objętości roboczej aparatu, natomiast próbki ziaren zbóż powinny być pobierane z górnej, środkowej i dolnej warstwy. Próbobierze mechaniczne czy też laskowe próbobierze optyczne mogą wpływać na zniekształcenie wyników badań, gdyż wywołują znaczne zaburzenia w analizowanym materiale. Możliwe jest jednak częściowe wyeliminowanie tego błędu poprzez zastosowanie różnych technik [2, 4, 7].

CEL BADAŃ

Celem badań było porównanie wyników analizy koncentracji poszczególnych składników oraz jakości otrzymanego produktu uzyskanych dwoma różnymi technikami poboru prób. Przedmiotem obserwacji była dziesięcioskładnikowa niejednorodna mieszanka ziarnista stosowana w technologiach przemysłu spożywczego.

METODYKA BADAŃ

Badania prowadzono w warunkach przemysłowych. Mieszankę ziarnistą w 10 workach poddano analizie. Próby pobierano z 4, 12, 20, 28, 36, 44, 52, 60, 68 oraz 76 worka. Masa mieszaniny ziarnistej znajdującej się w każdym worku wynosiła 25 kg. Udziały docelowe poszczególnych składników w mieszaninie zaprezentowane są w tabeli 1.

Tabela 1. Wymagane udziały procentowe składników mieszanki

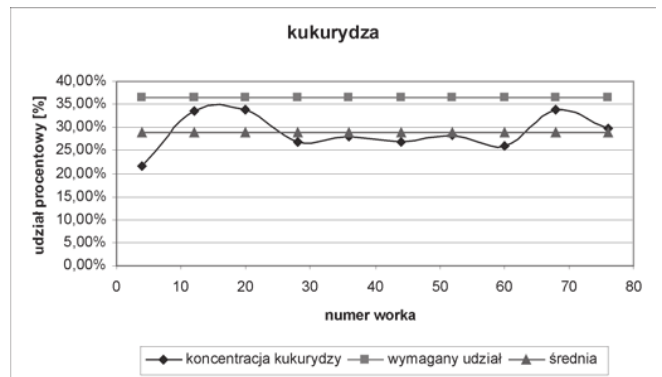
Lp.	Komponent mieszanki	Udział procentowy [%]
1	Kukurydza	36,36%
2	Pszenica	29,09%
3	Peluszka	8,64%
4	Groch zielony	2,27%
5	Groch żółty	6,14%
6	Sorgo	6,82%
7	Proso żółte	6,82%
8	Wyka brązowa	1,14%
9	Słonecznik czarny	1,82%
10	Dari	0,91%

W pierwszym eksperymencie próby pobierano próbieczerem z worków z górnej, środkowej i dolnej części worka według schematu pojedynczej koperty. W drugim eksperymencie próbki pobierano bezpośrednio ze spustu mieszalnika za pomocą naczynia w momencie wysypu materiału ziarnistego do worka. Kolejnym krokiem było ręczne rozdzielanie wszystkich prób na poszczególne komponenty, a następnie zważenie wydzielonych komponentów na wadze elektronicznej.

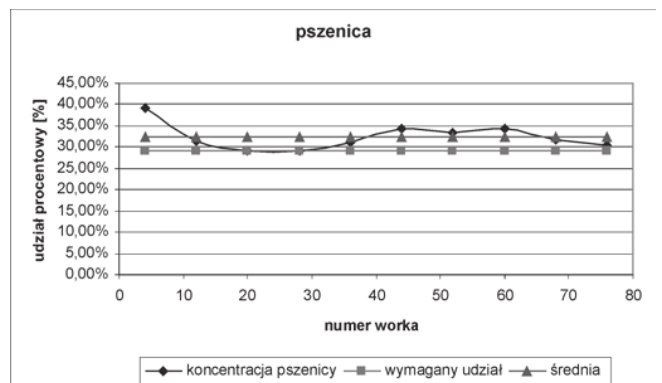
W mieszaninie oprócz 10 komponentów mieszanki pojawiły się również inne cząstki, które wskutek tarcia uległy rozdrobieniu, w takim stopniu, iż niemożliwa była ich klasyfikacja. Zaliczone zostały do osobnej grupy nazwanej pozostałościami. Udział pozostałości w mieszaninie wynosił średnio 0,55%. W tabelach 2, 3 udział procentowy pozostałości został pominięty.

WYNIKI BADAŃ

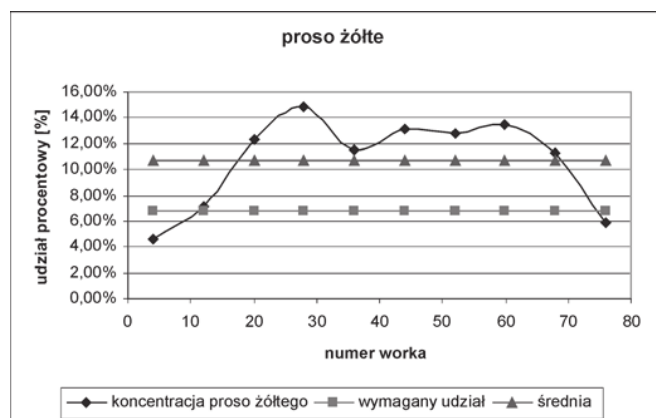
Na podstawie rozdziału poszczególnych próbek na komponenty, a następnie zważeniu i przeliczeniu na udziały procentowe otrzymano wyniki dla wybranych komponentów. Zaprezentowano je na wykresach rys. 1, rys. 2, rys. 3, rys. 4 odpowiednio dla prób pobieranych z worków próbieczerem oraz na rys. 5, rys. 6, rys. 7, rys. 8 dla prób pobieranych ze spustu mieszalnika. Dodatkowo zaznaczono udział wymagany składników oraz średnią arytmetyczną uzyskanych wyników eksperymentalnych.



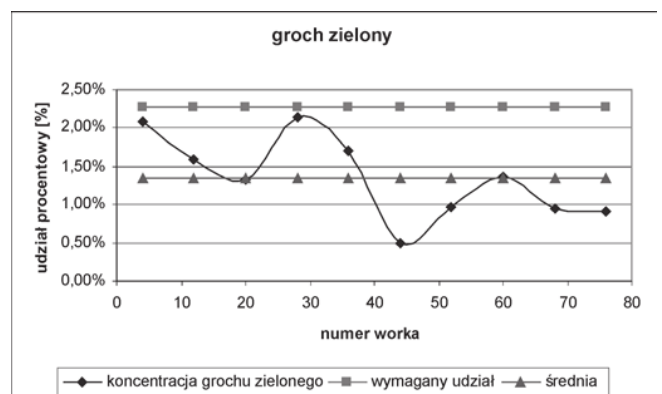
Rys. 1. Koncentracja kukurydzy – badana w workach.



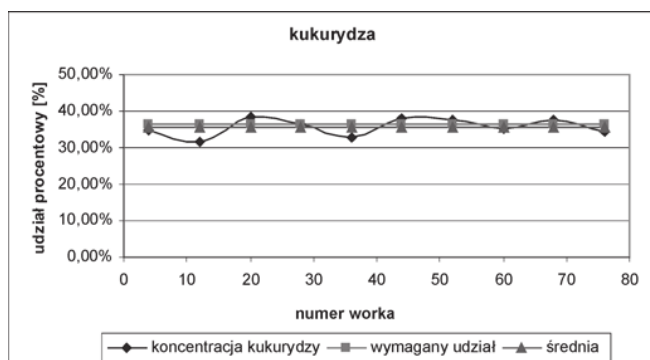
Rys. 2. Koncentracja pszenicy – badana w workach.



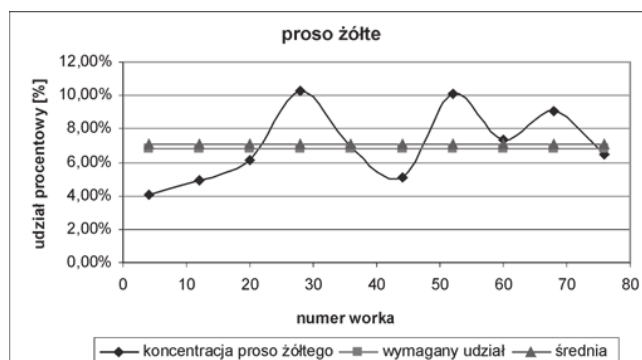
Rys. 3. Koncentracja prosa żółtego – badana w workach.



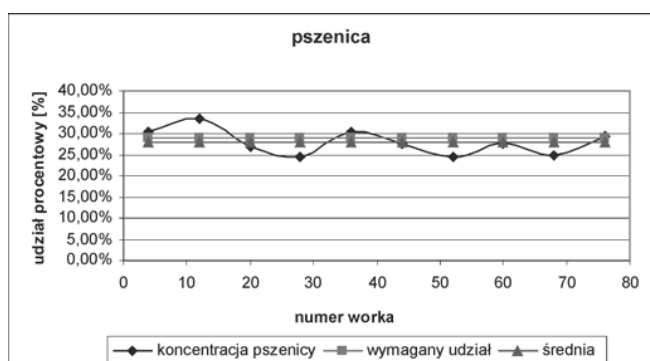
Rys. 4. Koncentracja grochu zielonego – badana w workach.



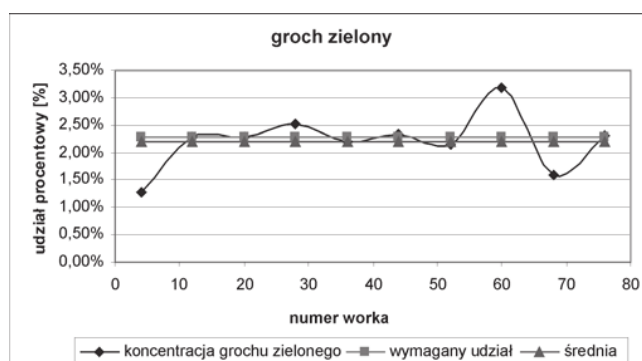
Rys. 5. Koncentracja kukurydzy – badana ze spustu mieszalnika.



Rys. 7. Koncentracja prosa żółtego – badana ze spustu mieszalnika.



Rys. 6. Koncentracja pszenicy – badana ze spustu mieszalnika.



Rys. 8. Koncentracja grochu zielonego – badana ze spustu mieszalnika.

Tabela 2. Wielkości statystyczne opisujące stan mieszaniny

Próby pobierane z worków						
1	2	3	4	5	6	7
	Nazwa składnika	Wymagany udział E [%]	Rozstęp	Średnia M [%]	Wariancja s ²	M - E
1	kukurydza	36,36%	12,37%	28,85%	0,159	-7,51%
2	pszenica	29,09%	10,08%	32,40%	0,092	3,31%
3	peluszką	8,64%	4,69%	7,78%	0,021	-0,85%
4	sorgo	6,82%	9,39%	8,39%	0,079	1,57%
5	proso żółte	6,82%	10,24%	10,68%	0,123	3,86%
6	groch żółty	6,14%	4,10%	5,71%	0,019	-0,43%
7	groch zielony	2,27%	1,65%	1,35%	0,003	-0,92%
8	słonecznik czarny	1,82%	2,40%	1,88%	0,006	0,06%
9	wyka białozłota	1,14%	2,68%	1,42%	0,008	0,28%
10	sorgo białe	0,91%	1,09%	1,03%	0,001	0,12%
Próby pobierane ze spustu mieszalnika						
	Nazwa składnika	Wymagany udział E [%]	Rozstęp	Średnia M [%]	Wariancja s ²	E - M
1	kukurydza	36,36%	6,90%	35,72%	0,054	-0,64%
2	pszenica	29,09%	8,97%	27,93%	0,087	-1,16%
3	peluszką	8,64%	1,23%	9,39%	0,002	0,76%
6	sorgo	6,82%	3,61%	5,44%	0,012	-1,38%
7	proso żółte	6,82%	6,19%	7,04%	0,047	0,22%
4	groch zielony	2,27%	1,89%	2,21%	0,003	-0,06%
5	groch żółty	6,14%	1,41%	6,81%	0,003	0,67%
9	słonecznik czarny	1,82%	0,83%	1,44%	0,001	-0,37%
8	wyka białozłota	1,14%	0,62%	1,09%	0,000	-0,04%
10	sorgo białe	0,91%	1,55%	2,30%	0,002	1,39%

Analizując poszczególne wykresy rozkładu koncentracji składników w kolejnych workach możemy podzielić składniki na takie, których średnia arytmetyczna uzyskanych wyników

pomiarowych M jest większa lub mniejsza od koncentracji docelowej E (tab. 3, por. rys. 2 – 8). Na podstawie wartości M - E z tabeli 2 dokonano podziału składników.

Tabela 3. Podział składników mieszaniny w zależności od różnicy pomiędzy średnią arytmetyczną wyników M a docelową koncentracją E

Próby pobierane z worków		
Lp.	M > E	M < E
1	Pszenica	Kukurydza
2	Sorgo	Peluszka
3	Proso żółte	Groch zielony
4	Słonecznik czarny	Groch żółty
5	Wyka brązowa	
6	Sorgo białe	
Próby pobierane ze spustu mieszalnika		
Lp.	M > E	M < E
1	Peluszka	Kukurydza
2	Groch żółty	Pszenica
3	Proso żółte	Groch zielony
4	Sorgo białe	Sorgo
5		Wyka brązowa
6		Słonecznik czarny

Przyjęcie różnicy na poziomie 2% pomiędzy wartością średniej arytmetycznej a wymaganym udziałem za dopuszczalny błąd, pozwala na wyodrębnienie 3 składników – kukurydzy, pszenicy i proso żółtego – których znalazło się w próbach więcej lub mniej niż zakładał to udział docelowy. Pojawienie się zbyt małej ilości kukurydzy w większości pobranych prób próbobierzem oraz zbyt dużej ilości zaobserwowanych ziaren pszenicy i proso żółtego sugeruje przeprowadzenie nieprawidłowego poboru prób. Przyczyn tak dużego odchylenia pomiędzy średnią arytmetyczną a wymaganym udziałem można doszukać się w niewłaściwym doborze otworu próbobierza. Większe cząstki, takie jak kukurydza mają ograniczony dostęp, aby znaleźć się we wnętrzu próbobierza. Mniejsze ziarna, jak proso żółte, które jest składnikiem o najmniejszym wymiarze średnicy spośród mieszanych komponentów, dostają się do próbobierza znacznie łatwiej niż ziarna większe.

Analiza stanu mieszaniny ziarnistej możliwa jest za pomocą różnych miar opartych na podstawowych wielkościach statystycznych oraz niestatystycznych. Pewnych informacji dostarcza nam analiza średniej arytmetycznej koncentracji poszczególnych składników w workach. Podając za przykład np. proso żółte w przypadku pobierania prób z worków wiemy, że średnia ta wynosi 10,68%, podczas, gdy podanie kolejnej miary statystycznej – rozstępu, równego 10,24%, przynosi uzupełnienie informacji o różnicy pomiędzy maksymalną a minimalną koncentracją tego składnika. Zmienność koncentracji tego składnika jest więc bardzo duża. Dużo lepszą miarą opisującą stan mieszaniny jest m.in. wariancja. Jednak ta miara nie w pełni prezentuje zmiany koncentracji składnika w workach. Jako przykład można podać wartość wariancji grochu zielonego na poziomie 0,003. Wartość ta nie daje informacji o zmienności koncentracji w kolejnych workach. Takich informacji dostarcza analiza wykresu (rys. 4). Ważna jest więc obserwacja koncentracji składników za pomocą kilku miar statystycznych, ale również obserwacja zmian przebiegu koncentracji w kolejnych próbach (workach).

WNIOSKI

1. Badanie jakości wieloskładnikowych układów ziarnistych stwarza problemy dotyczące metod poboru próbek do ana-

lizy z uwagi na dużą różnicę wymiarów liniowych oraz dużą rozpiętość gęstości składników.

2. Opis jakości mieszaniny za pomocą jednej wybranej miary statystycznej jest w wielu przypadkach informacją w pełni charakteryzującą jej jakość. Porównanie kilku parametrów statystycznych daje jednak więcej informacji o rozkładzie poszczególnych składników mieszaniny w kolejnych workach i o jakości danej partii.
3. Dobór metody poboru prób zależy od własności mieszanych komponentów i od specyfiki procesu a zastosowanie procedury próbkowania (zgodnie z Polska Normą) nie zawsze odzwierciedla rzeczywisty stan mieszaniny.
4. Zastosowanie metody próbkowania ze spustu mieszalnika lepiej odzwierciedla rzeczywisty stan mieszaniny w workach niż próbkowanie z worków.

LITERATURA

- [1] Boss J.: Mieszanie materiałów ziarnistych, Warszawa – Wrocław, PWN 1987.
- [2] Charlier R., Gossens W. : Sampling a Heterogeneous Powder using a Spinning Riffler, Powder Technology, 1970/1971, 4, 351-359.
- [3] Fan L. T. , Chen S. J. , Watson C.A.: Solid Mixing, Ing. Eng. Chem. 1970, 62 No 7, 53-69.
- [4] Schofield C.: The Definition and Assessment of Mixture Quality In Mixtures of Particulate Solids, Powder Technology, 1976, 15, 169-180.
- [5] Sommer K.: Wie vergleicht man die Mischfähigkeit von Feststoff-mischer? Aufbereitungs-Technik, 1982, 23, No 5, 266-269.
- [6] Williams J.C.: The properties of Non-Random Mixtures of Solid Particles, Powder Technology, 1969/1970, 3, 431-447.
- [7] Wolny A., Leszczyński A., Knorps J.: Zastosowanie „dyfuzyjnego” modelu mieszania do opisu procesu zmiany składu mieszaniny ciał stałych, Zesz. Nauk. Politechniki Wrocławskiej, Prace Inst. Inż. Chem. 1975, 4, Nr 3/4, 123-146.

THE PROBLEMS OF SAMPLING AND SAMPLE ANALYSIS OF MULTI-COMPONENT GRANULAR MATTER IN THE TECHNOLOGIES OF THE FOOD INDUSTRY

SUMMARY

In the article problems concurrent the technicians of sampling multi-component, non-homogeneous granular matter has been presented. The results of quality analysis of the granular matter obtained in different ways of sampling have been compared. Ten components non-homogenous granular structure used in technologies of the food industry have been sampled. Comparison of the quality analysis presents different quality in dependence on way of sampling.

Keywords : multicomponent granular materials, non-homogenous granular materials, sampler, technique of sampling.