

Metóda GS2-37 (1994)

**Stanovenie rozdelenia veľkosti
častíc bieleho cukru oševom**

prijatá metóda

1 Rozsah

Touto metódou sa meria rozdelenie veľkosti častíc bieleho cukru.

2 Oblasť použitia

Uvedená metóda sa používa na všetky granulované druhy bieleho cukru (všeobecná trieda 2). Nehodí sa na jemné práškové cukry.

3 Princíp metódy

Zloží sa vhodná sústava sít z drôteného úpletu. Odvážená vzorka sa preniesie na najvrchnejšie sito. Trepaním takto zostaveného osievacieho zariadenia sa vzorka postupne rozdeľuje do frakcií podľa veľkosti. Určí sa hmotnosť každej veľkostnej frakcie a vyjadrí sa ako percento vzorky.

4 Prístrojové vybavenie**4.1 Delič vzoriek.**

4.2 Váha s hornou miskou – ktorá dokáže vážiť v rozsahu do 1 kg s presnosťou na 0,1 g.

4.3 Sitá z drôteného úpletu – priemer 200 mm. Potrebná je súprava skúšobných sít s rozdielnou nominálnou veľkosťou otvorov spolu so záchytnou miskou a viečkom.

Skúšobné sitá musia spĺňať špecifikáciu určenú Medzinárodnou organizáciou pre normy (ISO) (1) alebo zodpovedajúcu normu na národnej úrovni.

4.4 Mechanická trepačka – používajte mechanickú trepačku, ktorou získate výsledky blízke špecifikácii normy ISO pre ručné osievanie (2).

Uvedená trepačka musí pôsobiť silou tak, aby sa skúšobná vzorka nepretržite pohybovala po celom povrchu sita a zároveň, aby vznikol sekundárny pohyb spôsobujúci klesanie a stúpanie sústavy sít. Tento klesavý a stúpavý pohyb s menovitým zdvihom približne 5 mm a frekvenciou minimálne 120x za minútu vytvára natriasavý a klepavý pohyb podobný pohybu, ktorý vzniká pri ručnom osievaní.

Na tento účel sa hodí skúšobná sitová trepačka „Inclyno“, model 1, ktorú vyrába spoločnosť Pascall Engineering Co Ltd (Crawley UK) alebo modely VS1000, resp. VE1000, ktoré vyrába firma Retsch (Haan, Nemecko), resp. iné prístroje s podobnými mechanickými charakteristikami.

Mechanické trepačky, ktoré vytvárajú iba rýchly vibračný pohyb, nie sú vhodné a môžu dávať odlišné výsledky.

5 Vzorky

5.1 Predsušenie. Vzorky s vyššou stratou sušením ako 0,025 % by sa pred sitovou skúškou mali najprv vysušiť.

5.2 Rozdelenie vzorky. Veľké vzorky zmiešajte a rozdeľte na rozdeľovači vzoriek. V rozdeľovaní vzorky pokračujte dovtedy, kým nezískate skúšobné vzorky s hmotnosťou od 80 do 100 g. Na analýzu použite celú takto získanú vzorku.

6 Postup

6.1 Výber sít. Sústavu sít vyberte tak, aby sa 10 až 20 % vzorky zachytilo na hornom site, 10 až 20 % prepadlo spodným sitom a aby sa na ľubovoľnom medzisite nezachytilo viac ako 30 % vzorky. Skontrolujte, či sú sitá čisté a suché. V prípade potreby ich môžete umyť v teplej vode a osušiť pri teplote do 75 °C.

6.2 Osievanie. Na váhe s hornou miskou odvážte každé sito a záchytnú miskú s presnosťou na 0,1 g. Sitá usporiadajte klesajúco podľa veľkosti otvorov, podložte pod ne záchytnú miskú a osievacie zariadenie uzatvorte vekom. Hmotnosť vzorky získanej postupom 5.2 odmerajte s presnosťou na 0,1 g a vzorku preneste na horné sito. Sústavu sít umiestnite na mechanickú trepačku a nechajte trepať 10 minút. Sitá vyberte z trepačky a každé sito so zachyteným cukrom opatrne odvážte s presnosťou na 0,1 g. Takisto s rovnakou presnosťou odvážte aj záchytnú miskú.

Tab. 1. Príklad stanovenia veľkosti častíc

Veľkosť oka (mm)	Podiel zachytený na site (%)	Kumulatívny podiel zachytený na site (%)
0,71	11,3	11,3
0,60	19,3	30,6
0,50	14,6	45,2
0,43	14,6	59,8
0,36	17,6	77,4
0,30	6,3	83,7
0,25	5,9	89,6
záchytná miska	10,4	100,0

7 Vyjadrenie výsledkov

7.1 Výpočet. Na základe rozdielu hmotností po a pred trepaním zistíte množstvo cukru zachyteného v každom site a množstvo cukru v záchytnej miske. Sčítajte množstvá zachytené v každom site a v záchytnej miske. Tento súčet sa musí rovnať hmotnosti skúšobnej vzorky pripravenej podľa 6.2 s presnosťou $\pm 0,6$ g. Ak je súčet hmotností mimo uvedenej tolerancie, test je potrebné opakovať.

Hmotnosť cukru zachyteného v jednotlivých sítach a v záchytnej miske vyjadrite ako percento súčtu zachytených frakcií. Výsledok zaokrúhľte na 0,1 %. Výsledky môžete uvádzať ako percento zachyteného cukru alebo ako kumulatívne percento zachyteného cukru oproti veľkosti oka. Príklad je uvedený v tab. I.

7.2 Matematické vyjadrenie výsledkov. Na vyjadrenie výsledkov osievacej skúšky vo forme dvoch parametrov uvádzame v Prílohe štyri postupy. Voľba konkrétneho postupu spočíva na samotnom užívateľovi (3).

8 Literatúra

1. ISO 3310-1: Skúšobné sítá – technické požiadavky a skúšanie – časť 1: Skúšobné sítá z drôteného úpletu. 1982.
2. ISO 2591-1: Skúšky oševom – časť 1: Postupy používania skúšobných sít z drôteného úpletu a perforovaného kovového plechu. 1988.
3. Správa z 20. zasadania ICUMSA. 1990, s. 49.
4. POWERS H. E. C.: *Int. Sugar J.*, 50, 1948, s. 149–150.
5. RENS G.: *La Sucrerie Belge*, 97, 1978, s. 169–174.
6. ROSIN P., RAMMLER E., SPERLING K.: *Wärme*, 56, 1933, s. 783–786.
7. BENNETT J. G.: *Broken Coal. J. Inst. Fuel*, 10, 1936, s. 22–39.
8. Správa zo 16. zasadania ICUMSA. 1974, s. 262–263.
9. PEZZI G., MAURANDI V.: *Zuckerind.*, 118, 1993, s. 113–123.

PRÍLOHA

Výpočet rozdelenia veľkosti zrn z výsledkov skúšky oševom

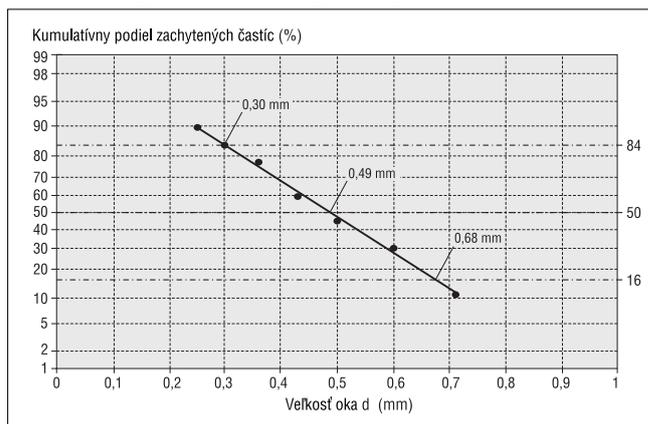
1 Úvod

Analýzu veľkosti častíc vzorky cukru získaných oševom, uvedenú v metóde GS2-37 ako príklad z tab. I., možno ďalej matematicky spracovať tak, aby sa rozdelenie veľkosti zrn zredukovalo na dva parametre, ktoré sú nezávislé od veľkosti ôk použitých v analýze. Najbežnejšími používanými parametrami je stredná veľkosť oka (MA) a koeficient variácie (CV). MA je taká veľkosť oka, ktorá by zadržala 50 % hmotnosti vzorky a CV je štandardná odchýlka rozdelenia vyjadrená ako percento MA . Na výpočet uvedených parametrov boli navrhnuté rôzne postupy, ktoré uvádzame ďalej v texte.

2 Powersova metóda (4)

Pri Powersovej metóde výpočtu MA a CV sa predpokladá gaussovské rozdelenie veľkosti kryštálov v granulovanom cukre. Na demonštráciu spôsobu výpočtu použijeme údaje z tab. I. Zo spomínaných údajov sa zostrojí graf na hárku aritmetickej pravdepodobnosti tak, že na os pravdepodobnosti sa vynesie kumulatívne percento zachytených častíc a na lineárnu os veľkosť ôk sita. Zobrazenými bodmi sa preloží regresná priamka. Graf je znázornený na obr. 1.

Obr. 1. Graf podľa Powersovej metódy



Odčítaním z grafu získame veľkosť ôk zachytávajúcej 50 % osiateho cukru, tj. d_{50} . V grafe sú takisto vyznačené aj veľkosť ôk zodpovedajúce 16 % (d_{16}) a 84 % (d_{84}). Potom:

$$MA = d_{50} = 0,49 \text{ mm.}$$

Rozdiel medzi veľkosťami oka d_{16} a d_{84} je rovný dvojnásobku štandardnej odchýlky rozdelenia. Preto:

$$CV = \frac{d_{16} - d_{84}}{2} \cdot \frac{100}{MA} = \frac{0,68 - 0,30}{2} \cdot \frac{100}{0,49} = 39 \%$$

3 Rensova metóda (5)

Rozdelenie veľkosti častíc charakterizuje empirická rovnica, ktorá sa používa na konvertovanie vzťahu kumulatívneho percenta zachytených častíc voči veľkosti ôk na lineárnu závislosť. Pre každú veľkosť oka d_i , používanú pri analýze veľkosti častíc, sa kumulatívne percento zachytených častíc y_i prekonvertuje na základe nasledujúcej empirickej rovnice na zodpovedajúcu lineárnu hodnotu z_i . Pre hodnoty $y < 50$ platí:

$$z = -34,3 \left[\sqrt[1,14]{\ln \frac{50}{y}} - e^{-0,18y} \right],$$

pre $y = 50$, $z = 0$

a pre hodnoty $y > 50$ platí:

$$z = 34,3 \left[\sqrt[1,14]{\ln \frac{50}{100 - y}} - e^{-0,18(100 - y)} \right].$$

Uvedené vzorce sa používajú len pre hodnoty y_i väčšie ako 10 % a menšie ako 90 %.

Lineárny vzťah medzi veľkosťou ôk sita d_i a zodpovedajúcimi vypočítanými hodnotami z_i sa zisťuje regresnou analýzou, ktorou výsledkom je lineárna rovnica:

$$d = a + kz,$$

kde a , k sú konštanty.

Velkost oka, na ktorej sa zachytí 50 % častíc, dostaneme tak, že za y dosadíme 50, kedy $z = 0$. Potom:

$$d_{50} = a = MA.$$

Ak d_{16} je veľkosť oka, pri ktorej sa zachytí 16 % cukru, potom:

$$d_{16} = MA + kz_{16}.$$

Z empirickej funkcie $z = f(y)$ pre $y = 16$ dostaneme:

$$z_{16} = -36,54.$$

Preto:

$$d_{16} = MA - 36,54k.$$

Štandardná odchýlka rozdelenia veľkostí častíc je daná vzťahom $(MA - d_{16})$:

$$(MA - d_{16}) = 36,54k$$

a z toho

$$CV = \frac{3654k}{MA}.$$

Za účelom demonštrácie výpočtu hodnôt d_i , y_i a z_i sa použili výsledky osievacej skúšky uvedené v tab. I. Prepočty sú uvedené v tab. II. Lineárnou regresiou hodnôt d_i a z_i dostaneme rovnicu:

$$d = 0,488 - 0,00515z$$

s koeficientom korelácie 0,9975. Z rovnice vyplýva:

$$MA = 0,488 \text{ mm}$$

a

$$CV = \frac{3654 \cdot 0,00515}{0,488} = 38,6 \%$$

Tab. II. Analýza veľkostí častíc s vypočítanými hodnotami z

Veľkosť oka d_i (mm)	Kumulatívny podiel zachytený na site, y_i (%)	Vypočítaná hodnota z_i
0,71	11,3	-44,10
0,60	30,6	-18,24
0,50	45,2	-4,58
0,43	59,8	9,00
0,36	77,4	27,43
0,30	83,7	36,09
0,25	89,6	45,68

4 Rosinova, Rammlerova, Sperlingova a Bennettova metóda (RRSB)(6, 7)

Tento postup vychádza z exponenciálnej rovnice, ktorá opisuje rozdelenie veľkostí častíc drveného uhlia. V niektorých prípadoch sa viac hodí na triedené cukry alebo na cukry, ktoré nemajú normálne rozdelenie. Funkcia RRSB má nasledujúci tvar:

$$D(d) = 1 - R(d) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{d}{d'}\right)^n\right].$$

Po dvojnásobnom logaritmovaní nadobudne funkcia tento tvar:

$$\log \log \frac{1}{1 - D(d)} = n \log d - n \log d' + \log \log e = n \log d + a \text{ konšt.}$$

kde:

- $D(d)$ – kumulatívny hmotnostný zlomok prejdejších častíc vyjadrený ako funkcia ekvivalentu priemeru častíc v g/g,
- $R(d)$ – kumulatívny hmotnostný zlomok zachytených častíc vyjadrený ako funkcia ekvivalentu priemeru častíc v g/g,
- d – ekvivalent priemeru častíc v mm,
- d' – veľkosť oka v mm zodpovedajúca $D = 0,632$,
- n – smernica funkcie RRSB,
- e – základu prirodzeného logaritmu.

Graf RRSB sa zostrojí nanesením hodnôt $\log \log 1/(1-D)$ na os y a hodnôt $\log d$ na os x . Potom závislosť rozdelenia veľkostí zfn bude v tomto grafe lineárna priamka. Rozdelenie charakterizuje sklon priamky n a veľkosť oka d' . Hodnota n vyjadruje rovnomernosť zfn a d' je veľkosť oka, pri ktorej prejde 63,2 % vzorky.

V praxi sa hodnota D (kumulatívny hmotnostný zlomok prejdejších častíc) počíta pre každé sito použité v analýze veľkostí častíc. Hodnoty D sa v grafe RRSB vynesú na os y a hodnoty d na os x . Distribučná funkcia je potom aproximovaná ako priamka, alebo niekoľko priamkových segmentov.

Parameter d' sa odčíta z grafu na osi x v bode, kde je D na osi y rovné 0,632. Graf RRSB je zostrojený tak, že smernica priamky n sa nachádza v pravom hornom rohu stupnice. Distribučná funkcia sa rovnobežne posunie tak, aby prechádzala ľavým dolným rohom grafu. Potom je hodnota n daná hodnotou v bode priesečníka priamky s horizontálnou stupnicou.

Údaje k analýze veľkostí častíc uvedené v tab. I. sa naniesli do grafu RRSB a sú znázornené na obr. 2. Hodnoty pre uvedené údaje sú $d' = 0,55 \text{ mm}$ a $n = 2,86$.

5 Butlerova metóda (8)

Pri Butlerovej metóde sa hodnoty MA a CV počítajú priamo z percentuálneho podielu častíc zachytených na každom site použitom pri analýze veľkosti častíc.

Metóda predpokladá, že stredná veľkosť častíc každej percentuálnej frakcie sa rovná priemeru veľkosti ôk sita, ktoré danú frakciu zachytí, a veľkosti ôk sita, ktoré sa nachádza bezprostredne nad daným sitom. Týmto spôsobom sa každej frakcii priradí určitá veľkosť, z ktorých sa potom vypočíta MA ako vážený priemer všetkých frakcií. CV sa vypočíta pomocou štandardných štatistických vzťahov.

Metóda výpočtu je znázornená v tab. III., využíva veľkosti ôk a percentuálne zlomky zachytených častíc z tab. I.

Potom:

$$MA = \frac{\sum(fxd'')}{\sum(f)} = \frac{49,321}{100} = 0,49 \text{ mm.}$$

Štandardná odchýlka (SD):

$$SD = \sqrt{\frac{\sum\{fx(MA - d'')^2\}}{\sum(f)}}$$

$$= \sqrt{\frac{2,8323}{100}} = 0,1683,$$

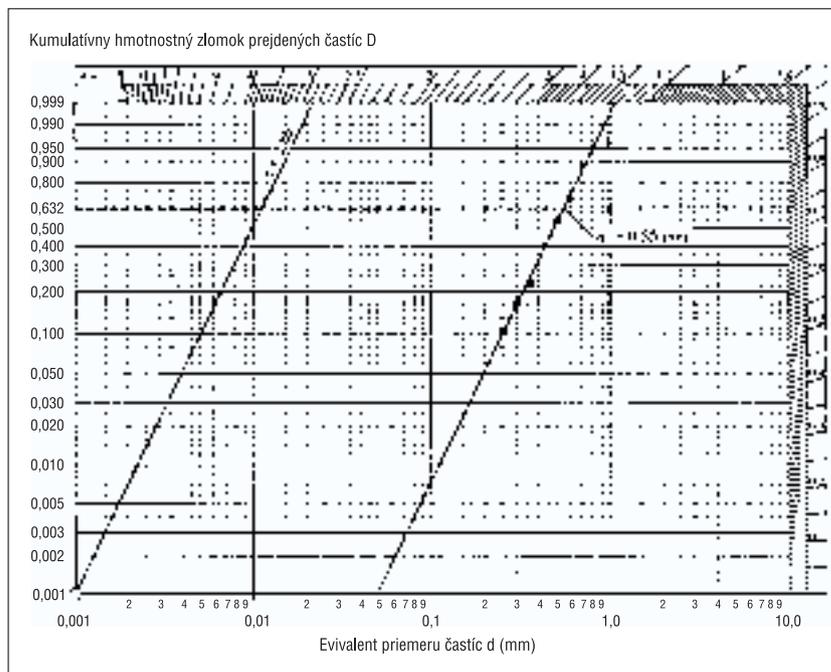
$$CV = \frac{SD \cdot 100}{MA} = \frac{0,1683 \cdot 100}{0,493} = 34,1 \text{ \%}.$$

POZNÁMKA – Stredná veľkosť častíc frakcie najväčších častíc je priemer veľkosti ôk horného síta a ďalšieho najväčšieho síta v súprave. Podobným spôsobom sa počíta aj stredná veľkosť častíc v zachytnej miske ako priemer veľkosti ôk spodného síta a ďalšieho najmenšieho síta v súprave.

6 Záver

PEZZI A MAURANDI (9) preskúmali a porovnali všetky uvedené postupy, pričom navrhli ďalšie numerické varianty Powersovej metódy, pomocou ktorých sa dá vyhnúť chybám spojeným s manuálnym kreslením grafu. Uvedení autori takisto odvodili matematický vzťah medzi Powersovými hodnotami MA a CV a hodnotami d' a n podľa metódy Rosinova, Rammlerova, Sperlingova a Bennetova (RRSB). Je potrebné uvedomiť si, že k chybám dochádza aj vtedy, ak rozdelenie veľkosti častíc testovaného cukru nezodpovedá predpokladom jednotlivých spomínaných metód. Ide najmä o cukor, ktorý sa počas výrobného procesu triedi, v dôsledku čoho môže dôjsť k rozdielom oproti predpokladanému rozdeleniu. Ani jedna z uvedených metód neposkytuje spoľahlivé výsledky v prípadoch, kedy sa analyzujú malé množstvá veľmi malých

Obr. 2. Graf podľa metódy RRSB



Tab. III. Výpočet MA a CV Butlerovou metódou

Veľkosť oka (mm)	Stredná veľkosť častíc d'' (mm)	Zachytený podiel f (%)	$f \cdot d''$	$MA - d''$	$f \cdot (MA - d'')^2$
0,71	0,780	11,3	8,814	-0,287	0,9308
0,60	0,655	19,3	12,642	-0,162	0,5065
0,50	0,550	14,6	8,030	-0,057	0,0474
0,43	0,465	14,6	6,789	0,028	0,0114
0,36	0,395	17,6	6,952	0,098	0,1690
0,30	0,330	6,3	2,079	0,163	0,1674
0,25	0,275	5,9	1,623	0,218	0,2804
zachytná miska	0,230	10,4	2,392	0,263	0,7194
Celkom		100,0	49,321		2,8323

alebo veľmi veľkých kryštálov, ktoré sa nachádzajú na extrémnych póloch rozdelenia.