Centrum Naukowo-Badawcze Ochrony Przeciwpożarowej
im. Józefa Tuliszkowskiego
Państwowy Instytut Badawczy

CNBOP-PIB-BW-01P:2015

wydanie 1, czerwiec 2015

Standard CNBOP-PIB
Ochrona Przeciwpożarowa

Przygotowywanie pyłów do badań przy wykorzystaniu metod analizy sitowej

Józefów 2015

Opracował zespół autorski w składzie:

inż. Damian Bąk

inż. Piotr Lesiak

mgr inż. Anna Dziechciarz

mgr Wojciech Klapsa

Recenzja:

mł. bryg. dr inż. Joanna Rakowska

mgr Katarzyna Radwan

Przygotowanie do wydania:

mgr Anna Golińska

© Copyright by Wydawnictwo Centrum Naukowo-Badawczego
Ochrony Przeciwpożarowej im. Józefa Tuliszkowskiego
Państwowego Instytutu Badawczego

© Każda część niniejszego standardu może być przedrukowywana lub kopiowana jakąkolwiek techniką bez pisemnej zgody dyrektora Centrum Naukowo-Badawczego Ochrony Przeciwpożarowej – Państwowego Instytutu Badawczego

Wydawnictwo Centrum Naukowo-Badawczego
Ochrony Przeciwpożarowej im. Józefa Tuliszkowskiego – Państwowego Instytutu Badawczego
05-420 Józefów k/Otwocka, ul. Nadwiślańska 213
tel. +48 (22) 76 93 300, fax: +(48 22) 76 93 356
e-mail: cnbop@cnbop.pl. www.cnbop.pl
Wydanie I

SPIS TREŚCI

1. WSTĘP 4
2. DEFINICJE PODSTAWOWE 4
3. WŁAŚCIWOŚCI MATERIAŁU PRZESIEWANEGO (PRÓBKI) 5
4. POBIERANIE PRÓBKI DO BADAŃ 7
5. MIELENIE PRÓBKI 7
5.1. Procedura mielenia stosowana w laboratorium BW CNBOP-PIB 8
6. PRZESIEWANIE 12
6.1. Zasady przesiewania 12
6.2. Określenie kształtu ziarna próbki 12
6.3. Przygotowanie stanowiska do badań 14
6.4. Procedura przesiewania 15
6.5. Analiza wyników 17
7. PODSUMOWANIE 18
8. LITERATURA 19

1. WSTĘP

Znaczna część norm (PN-EN 50281-2-1, PN-EN 14034-1, PN-EN 14034-2, PN-EN 14034-3, PN-EN 13821:2004) dotycząca wybuchowości pyłów określa nominalną średnicę cząsteczek pyłu, jaką należy użyć do badań według danej normy. Dlatego też niezwykle ważne jest odpowiednie przygotowanie pyłu do badań, w tym oznaczenie rozkładu granulometrycznego. Rozkład ten określa, jakiej wielkości cząstki mają największy udział w próbce otrzymanego od producenta pyłu. Przeprowadzenie analizy rozkładu granulometrycznego pozwala zadecydować o dalszych badaniach tj. czy wyniki odnosić się będą do średniej i najbardziej reprezentatywnej frakcji w pyle (w przypadku gdy do badań użyjemy pyłu w niezmienionej postaci), bądź czy też istnieje konieczność przesiania pyłu przez sito kontrolne o rozmiarze nominalnym oczka narzuconym przez normę. Bądź też, w skrajnych przypadkach, czy istnieje konieczność zmielenia próbki, (gdy pył w postaci niezmienionej nie nadaje się do badań i z przyczyn fizycznych nie ma możliwości zbadania go na stanowisku – np. zapycha dysze, skleja się czy klinuje, grozi uszkodzeniem aparatury badawczej itd.).

2. DEFINICJE PODSTAWOWE[1]

próbka – jedna lub więcej jednostek losowania pobranych z populacji, przeznaczonych do dostarczenia informacji o populacji (PN-ISO 3534-1:2009 p. 4.2), reprezentatywna część pobrana z pewnej ilości materiału (PN-ISO 2395:2000 p. 3.1.3),

ziarno- pojedyncza cząstka materiału ziarnistego bez względu na jej wielkość (PN-ISO 2395:2000 p. 3.1.1),

cząstka – bardzo mały fragment danej materii,

pył – małe cząsteczki ciała stałego w atmosferze, które osiadają pod wpływem ciężaru. Mogą one przez pewien czas pozostawać zawieszone w powietrzu (również pył drobnoziarnisty i pył gruboziarnisty wg definicji ISO 4225). Definicja wg PN-EN 14034-1+A1 2011,

aglomerat – kilka połączonych ze sobą ziaren (PN-ISO 2395:2000 p. 3.1.2),

frakcja ziarnowa – materiał z ziarnami o wymiarze mieszczącym się w przedziale między dwoma wymienionymi wymiarami ograniczającymi (PN-ISO 2395:2000 p. 3.3.12),

ziarno bliskowymiarowe – ziarno o wielkości równej w przybliżeniu wymiarowi oczka sita (PN-ISO 2395:2000 p. 3.4.2),

wymiar oczka – wielkość określająca wymiary otworu w elemencie przesiewającym (PN-ISO 2395:2000 p. 3.2.16),

[1] PN-ISO 2395:2000 *Sita kontrolne i analiza sitowa - Terminologia*

rozkład granulometryczny (analiza granulometryczna przesiewaniem) – rozdzielenie próbki materiału ziarnistego z zastosowaniem analizy sitowej wraz z podaniem wyników (PN-ISO 2395:2000 p. 3.3.3),

sito – przyrząd przeznaczony do przesiewania, składający się z elementu przesiewającego zamontowanego w ramie (PN-ISO 2395:2000 p. 3.2.1),

rama – urządzenie służące do zamocowania elementu przesiewającego na jego obwodzie, uniemożliwiające wysypywanie przesiewanego materiału (PN-ISO 2395:2000 p. 3.2.11),

element przesiewający – powierzchnia z regularnie ułożonymi oczkami jednolitego kształtu i wymiarów (PN-ISO 2395:2000 p. 3.2.12)

sito kontrolne – sito spełniające wymagania normy dotyczące sita kontrolnego, przeznaczone do analizy wielkości ziaren metodą przesiewania (PN-ISO 2395:2000 p. 3.2.2),

zaślepianie – stan, w którym bardzo drobne ziarna przylegają do powierzchni elementu przesiewającego i zmniejszają oczka bądź całkowicie je zamykają (PN-ISO 2395:2000 p. 3.3.11),

3. WŁAŚCIWOŚCI MATERIAŁU PRZESIEWANEGO (PRÓBKI)

Materiały poddawane analizie sitowej różnią się między sobą właściwościami chemicznymi i fizycznymi. Informacje o właściwościach fizycznych i chemicznych oraz sposobie powstawania pyłu (technologii produkcji) w obszarze zakładu, powinny być przekazane przez klienta. Są one bardzo pomocne przy prowadzeniu dalszych badań, jak i przy samej analizie sitowej.

Do każdej badanej próbki należy podejść indywidualnie biorąc pod uwagę zarówno właściwości chemiczne, jak i fizyczne, gdyż mają one znaczący wpływ na proces przesiewania.

Do podstawowych właściwości chemicznych i fizycznych materiału przesiewanego zalicza się:

- **kruchość** – niektóre materiały zmniejszają wielkość swojego ziarna podczas przesiewania. Zmniejszanie rozmiaru ziarna może być spowodowane zarówno drganiami układu do przeprowadzania analizy sitowej (wytrząsarka), tarciem materiału o powierzchnię sit kontrolnych, jak i wzajemne zderzenia cząstek pyłu podczas ich przesiewania,
- **wilgotność powierzchniowa** – cienka warstwa wody na powierzchni ciał o grubości rzędu kilku cząstek, która powstaje na skutek osadzania się wilgoci zawartej w powietrzu. Zwykle jest niewidoczna gołym okiem i ma zdecydowany wpływ na to, w jaki sposób pył rozsypuje się na sicie,

- **wilgotność wewnętrzna** – zawartość wody w masie ciała i pyłu w przypadku, gdy wilgotność próbki zmienia się podczas przesiewania, zmieni się również jej masa całkowita,
- **higroskopijność** – podatność pewnych materiałów do wchłaniania wilgoci podczas próby uzyskania stanu równowagi z atmosferą. Materiały te należy przechowywać pomiędzy badaniami w szczelnych pojemnikach lub dodatkowo np. w komorze klimatycznej bądź piecu, jeśli wymaga tego norma badawcza Powyższe działania mają na celu ograniczenie do minimum możliwości wymiany wilgotności między cząsteczkami pyłu a otoczeniem,
- **zmiana właściwości fizykochemicznych podczas suszenia** – niektóre materiały podczas suszenia mogą ulegać pewnym przemianom m.in. rozdrobnieniu, pękaniu, spiekaniu itd. Może to mieć wpływ na wynik analizy sitowej. Aby wybrać odpowiedni sposób postepowania z materiałami, należy zapoznać się z podstawowymi właściwościami fizykochemicznymi udostępnionymi przez producenta,
- **właściwości ścierne** – niektóre materiały przy długotrwałym, intensywnym przesiewaniu niszczą oczka sit kontrolnych, dlatego bardzo ważne jest, aby znać właściwości materiału, który zostaje poddany badaniom. Pozwala to zminimalizować ryzyko uszkodzenia materiału sita,
- **gęstość** – dla przesiewanego materiału wyróżnia się dwa typy gęstości: nasypową (usypową) i rzeczywistą. Gęstość nasypowa to masa suchego sypkiego materiału podzielona przez objętość, jaką ten materiał zajmuje łącznie z przestrzeniami między ziarnami pyłu, jak również objętością porów itd. Wpływa ona na ilość materiału, którą poddaje się procesowi przesiewania. Gęstość rzeczywistą jest to stosunek masy próbki do jej objętości bez porów. Wpływa ona w bezpośredni sposób na czas przesiewania,
- **kształt ziarna** – ma znaczenie przy szybkości przesypywania się materiału. Ziarno może być kuliste, płaskie, włókniste. Niektóre ziarna dopiero po przyjęciu odpowiedniej pozycji są w stanie przedostać się przez oczko kontrolne,
- **właściwości magnetyczne** – ziarna, które wytwarzają pole magnetyczne wynikające z ruchu ładunków elektrycznych w materiale, mogą formować się miejscami w aglomeraty i przyciągać wzajemnie. Utrudnia to ich przesiewanie,
- **właściwości elektrostatyczne** – cząstki przy ruchu, przesiewaniu i ocieraniu się o siebie mogą zyskiwać ładunki elektrostatyczne. Może to doprowadzić do sytuacji, w której ziarna będą przylegały do stalowej ramy sita bądź oczek sita kontrolnego, jeśli sito wykonane jest z drutu bądź blachy perforowanej.

Do analizy każdej badanej próbki należy podejść indywidualnie uwzględniając zarówno właściwości chemiczne, jak i fizyczne, gdyż te mogą mieć znaczny wpływ na proces przesiewania i powodować trudności i ograniczenia przy przesiewaniu.

4. POBIERANIE PRÓBKI DO BADAŃ

Do procesu pobierania próbek do badań należy podejść z należytą starannością. Należy je pobierać w taki sposób, aby pobrana próbka była jak najbardziej reprezentatywna w odniesieniu do całego materiału. Takie postępowanie gwarantuje poprawność i jednoznaczność wyników badań.

W praktyce zaleca się, aby materiał do badań został pobrany przez zleceniodawcę w sposób losowy z różnych partii wyrobu (wg punktu 3.4 Polskiej Normy PN-83/N-03010 Statystyczna kontrola jakości, norma została wycofana 09.2014 r. jednak PKN nie określił normy zastępującej).

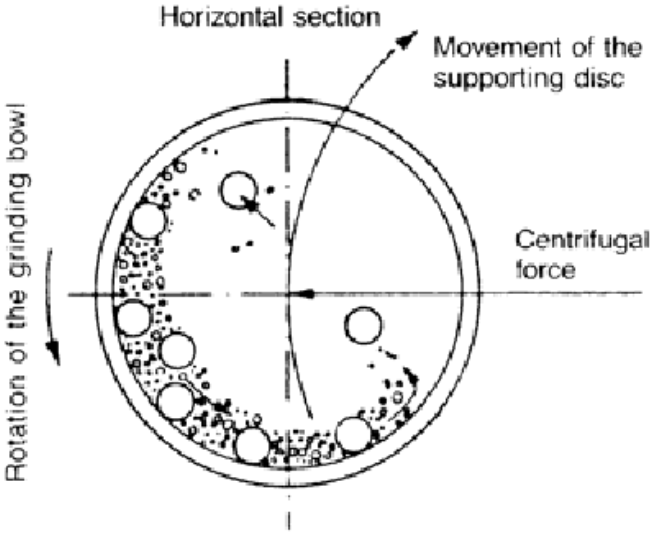
5. MIELENIE PRÓBKI

W praktyce laboratoryjnej zdarza się, że klient przesyła do badań (np. parametrów wybuchowości) nierozdrobnioną dużą próbkę, która nie spełnia warunków do przeprowadzenia analizy sitowej, jak i prowadzenia zasadniczych badań wybuchowości (np. niezgodność wymiarów próbki z wymaganiami normatywnymi). W takiej sytuacji należy rozdrobnić próbkę przy pomocy urządzenia mielącego. W laboratorium Zespołu Laboratoriów Procesów Spalania i Wybuchowości (BW) używa się w tym celu mono-planetarnego młyna kulowego firmy FRITSCH model „PULVERISETTE 6” (ryc. 1).

Mielenie odbywa się w specjalnym kubku o pojemności 500 ml wykonanym ze stali nierdzewnej przy użyciu kul ze stali nierdzewnej w dwóch rozmiarach – średnicy 10 mm i 20 mm. Mniejsze kule (masa każdej ok. 4,08 g) stosuje się do homogenizacji (ujednolicania) suchych próbek, które są już wstępnie skruszone. Do kruszenia, rozdrabniania ciał stałych bądź względnie dużych twardych części używa się większych kul ze stali nierdzewnej (masa każdej ok. 32,67 g). Ilość kul dobierana jest empirycznie w zależności od właściwości materiału i intensywności mielenia. Materiał w młynie mono-planetarnym rozdrabniany jest przez siłę uderzeniową kul oraz siły tarcia między wewnętrzną ścianką kubka, misą a kulkami i mielonym ciałem. Proces rozdrabniania poglądowo ilustruje poniższy rysunek (ryc. 1).

Ryc. 1. Młyn mono-planetarny PULVERISETTE 6 firmy FRITSCH

Źródło: Zdjęcie poglądowe ze strony producenta



Ryc. 2. Zasada działania młyna mono-planetarnego

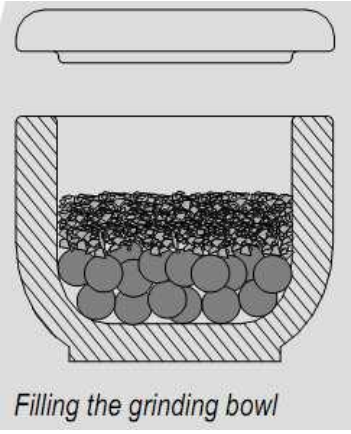
Źródło: MERAZET FRITSCH Instrukcja obsługi młynki mono – planetarne „pulverisette 6”

5.1. Procedura mielenia stosowana w laboratorium BW CNBOP-PIB

Etapy procedury mielenia:

- wstępnie ocenić materiał badany – zdecydować, czy próbkę należy ujednolicić, delikatnie zmniejszyć ziarna czy pokruszyć na większe części. Do homogenizacji użyć mniejszych kul, natomiast do kruszenia twardego materiału większych;

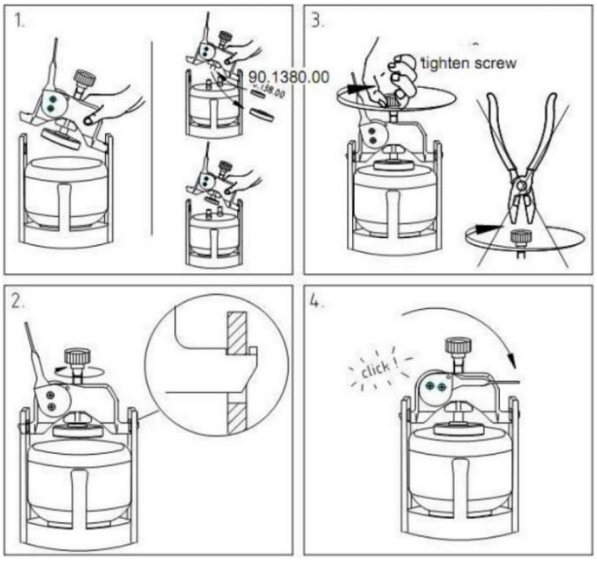
- do czystego kubka ze stali nierdzewnej wsypać odpowiednia ilość kul, na kulach umieścić materiał do rozdrobnienia/ujednolicenia (ryc. 3);



Ryc. 3. Sposób umieszczania kul i materiału do mielenia w kubku

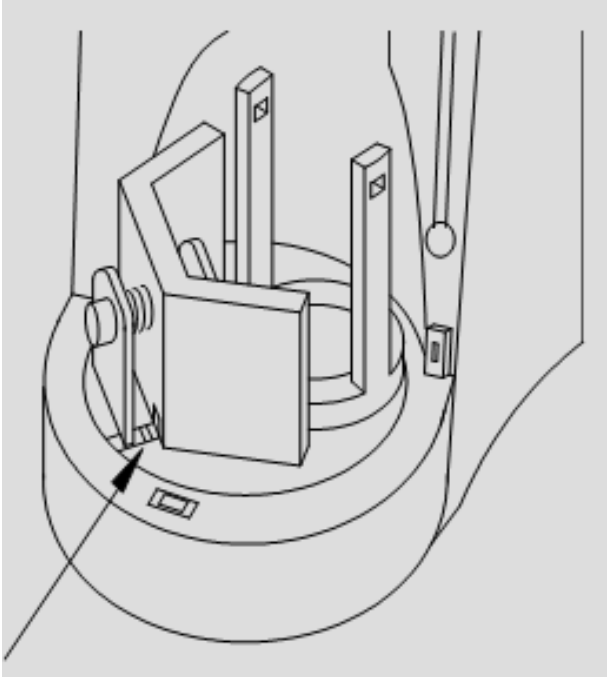
Źródło: MERAZET FRITSCH Instrukcja obsługi młynki mono – planetarne „pulverisette 6"

- na obrzeżu kubka umieścić uszczelkę teflonową i nałożyć pokrywkę;
- zważyć kompletny układ kubek-próbka-kule-pokrywka i uszczelka. Masę najlepiej zanotować;
- włączyć przycisk zasilania młyna mono-planetarnego PULVERISETTE 6 znajdującego się z tyłu urządzenia przy przewodzie zasilającym;
- otworzyć pokrywę urządzenia naciskając srebrny przycisk zamka na przodzie obudowy;
- odbezpieczyć układ „safe lock" i zamontować kubek z próbką, docisk umieścić w gniazdach, śrubę dociskającą dokręcić ręką, następnie opuścić dźwignię (ryc. 4);



Ryc. 4. Sposób mocowania kubka z próbką wewnątrz młynka-mono-planetarnego

Źródło: MERAZET FRITSCH Instrukcja obsługi młynki mono – planetarne „pulverisette 6"

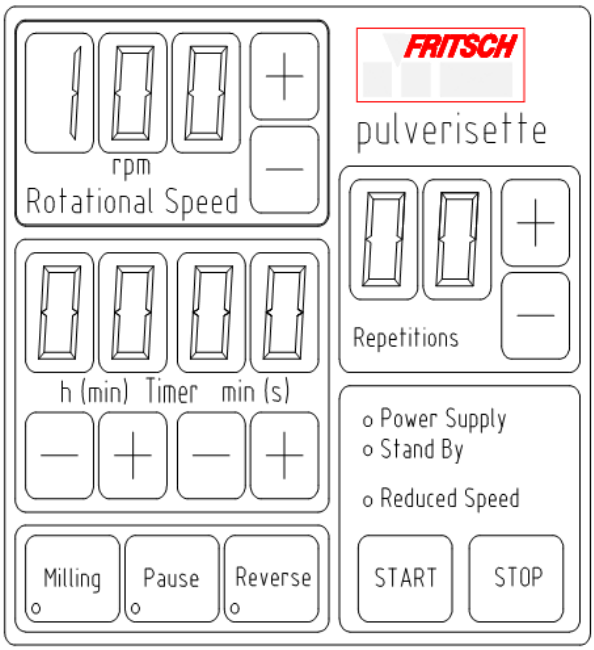


Ryc. 5. Oś do wyrównywania masy

Źródło: MERAZET FRITSCH Instrukcja obsługi młynki mono – planetarne „pulverisette 6”

- wyrównać masę − ustawić na przeciwwadze wcześniej zważoną wartość tj. masę kubka z próbką, kulami i nakrywką (ryc. 5);
- zamknąć pokrywę ochronną;
- wybrać parametry mielenia – czas (TIMER) i prędkość obrotową (ROTATIONAL SPEED). Czas jednorazowego mielenia to maksymalnie 1 h, natomiast w praktyce wystarcza zazwyczaj 10-15 min, zaś liczbę obrotów można regulować, co 10 obr/min między wartościami 100-600 w zależności od pożądanego stopnia zmielenia czy twardości próbki. Ustawienia przeprowadza się na panelu kontrolnym (ryc. 6). Ustawienie wartości REPETITIONS (wartość 0-99) pozwala określić ile razy procedura ma zostać powtórzona po zakończeniu pojedynczego mielenia. Możliwe jest również ustawienie odwrócenia kierunku mielenia przy użyciu przycisku REVERSE (REPETITIONS musi być ustawione do wartości 1). Po zakończonym pojedynczym mieleniu urządzenie powtórzy procedurę zmieniając kierunek mielenia;
- uruchomić procedurę mielenia przyciskiem START;
- w razie konieczności przerwania procedury (np. niespodziewane wibracje, drgania układu, błędy, niepewności) wcisnąć przycisk STOP. Przycisk ten zatrzymuje procedurę w każdym jej momencie;

- po upływie ustawionego czasu otworzyć pokrywę, odbezpieczyć układ, otworzyć naczynie i skontrolować rozdrobnienie materiału wewnątrz kubka. W przypadku niezadowalającego efektu mielenie powtórzyć.



Ryc. 6. Panel kontrolny urządzenia (młyna)

Źródło: MERAZET FRITSCH Instrukcja obsługi młynki mono – planetarne „pulverisette 6”

Trudności występujące przy mieleniu:

- Dobór parametrów mielenia – w praktyce parametry dobiera się empirycznie w celu uzyskania najlepszego efektu. W większości przypadków bardziej właściwym wyborem jest jednak ustawienie mniejszej ilości obrotów przy dłuższym czasie mielenia (ok. 10-15 min i 300-350 obr/min). Natomiast, gdy celem jest rozkruszenie twardego materiału czas należy skrócić, prędkość obrotową zwiększyć i zastosować duże kule.
- Nagrzewanie się materiału mielonego i kubka – spowodowane jest najczęściej zbyt dużym tarciem materiałów i za długim czasem mielenia. Aspekt ten można ograniczyć zmniejszając liczbę kul i skracając czas mielenia.
- Agregowanie się cząstek materiału mielonego – związane jest z właściwościami niektórych materiałów (szczególnie spożywczych np. kakao, pył z orzechów). Jest skutkiem zbytniego rozdrobnienia materiału, jego przegrzaniem w trakcie mielenia lub wydzielania się substancji z mielonego pyłu (nie każdy materiał nadaje się do mielenia). W takich wypadkach warto wydłużyć czas mielenia, zmniejszyć liczbę obrotów i ilość kul.

- Silne drgania/wibracje – mogą wystąpić w przypadku złego doboru ustawienia przeciwwagi. Procedurę należy wtedy przerwać, gdy wyświetlone zostanie ostrzeżenie (migająca kontrolka REDUCE SPEED). Jeśli prędkość obrotów nie zostanie zmniejszona, wówczas nastąpi automatyczne przerwanie mielenia ze względów bezpieczeństwa.

Czynności konserwacyjne:

Kubek oraz kule należy czyścić pod bieżącą wodą z użyciem standardowych środków czystości (np. mydło) i szczoteczki. Można również myć je w myjce ultradźwiękowej. W celu dokładniejszego wyczyszczenia kul i wnętrza kubka, można uruchomić procedurę mielenia, wsypać na kule piasek kwarcowy i zalać niewielką ilością wody. Procedurę uruchomić na 2-3 min przy 250 obr/min. Aparat przecierać wilgotną ścierką po uprzednim odłączeniu go od źródła zasilania.

6. PRZESIEWANIE

6.1. Zasady przesiewania

Pojedyncze sito kontrolne rozdziela badany materiał na dwie frakcje, z których jedna zatrzymuje się na elemencie przesiewającym, a druga przedostaje się przez jego oczka. W przypadku wystąpienia ziaren o niekulistym kształcie proces się komplikuje, ponieważ ziarno o wielkości zbliżonej do nominalnej wielkości oczka sita może się przez nie przedostać tylko w odpowiedniej pozycji np. po pionowym ustawieniu. Oczka również nie mają identycznych wymiarów, zatem z wydłużeniem czasu przesiewania może dojść do sytuacji, gdy to właśnie oczka o większym wymiarze (nadwymiarowe) odegrają decydującą rolę przepuszczając cząstki lub zapychając się materiałem ziaren bliskowymiarowych.

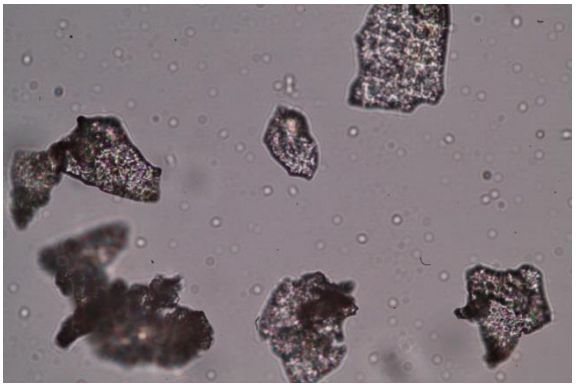
Proces przesiewania dzieli się na dwa etapy. W pierwszym eliminowane są ziarna znacząco mniejsze niż oczko sita kontrolnego. Etap ten przebiega dosyć szybko. Drugi etap to separacja ziaren bliskowymiarowych, który jest powolny i rzadko zostaje zakończony.

W przypadku, gdy próbka analityczna ma zbyt dużą objętość (duża gęstość nasypowa), to warstwa na sicie kontrolnym będzie zbyt gruba, aby każde z ziaren miało możliwość przedostania się do oczka w korzystnym położeniu. Należy unikać przeładowania sita, dzieląc duże próbki na mniejsze i przesiewając kolejno.

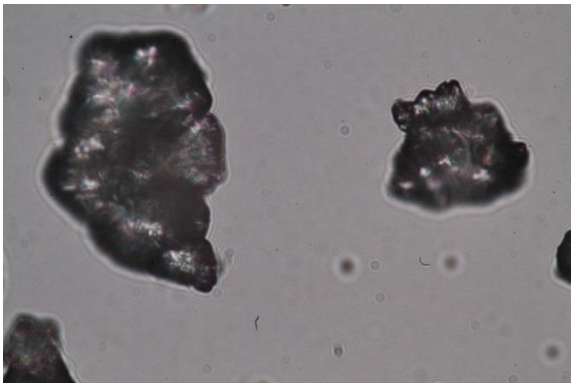
6.2. Określenie kształtu ziarna próbki

Oprócz przeprowadzania analizy sitowej warto określić kształt ziaren próbki. W warunkach laboratoryjnych procedura ta przeprowadzana jest za pomocą mikroskopu laboratoryjnego z gniazdem na aparat cyfrowy. Na szkiełko mikroskopowe należy rozsypać niewielką ilość badanej próbki (najlepiej tworząc tzw. mgiełkę tj. osypując próbkę z łyżki

laboratoryjnej z pewnej wysokości na szkiełko). Materiał nie tworzy wtedy dużych skupisk i jest łatwiejszy do obserwacji pod mikroskopem). Po umieszczeniu szkiełka w gnieździe na stoliku należy wybrać odpowiedni obiektyw (powiększenie – x63, x40, x20, x10), odnaleźć za pomocą okularu i pokręteł przemieszczania stolika najlepiej pojedyncze, reprezentatywne ziarno i ustawić wymaganą ostrość. Następnie w specjalnym gnieździe należy umieścić aparat cyfrowy (wykręcając wcześniej obiektyw), wybrać funkcję automatycznego dostosowywania parametrów zdjęcia (z wyłączoną funkcją lampy błyskowej) i wykonać potrzebną ilość zdjęć. Zazwyczaj określa się też zgrubnie kształt cząsteczek pyłu (kuliste, płaskie, włókniste). Przykładowe zdjęcie próbki pod mikroskopem pokazano na poniższych zdjęciach.



Ryc. 7. Pył o płaskim ziarnie w powiększeniu 63x
Źródło: zdjęcie własne



Ryc. 8. Pył o sferycznym-kulistym ziarnie
Źródło: zdjęcie własne

Ryc. 9. Pył o włóknistym ziarnie
Źródło: zdjęcie własne

Laboratorium BW do przesiewania używa wibracyjnej wytrząsarki sitowej „analysette 3 SPARTAN" stosując metodę przesiewania mechanicznego na sucho, odpowiednią dla materiałów sypkich. Stanowisko do mechanicznego przesiewania składa się z:

- wytrząsarki wibracyjnej „analysette 3" z panelem sterującym, paskami mocującymi ze śrubami i klamrami;
- zestawu sit kontrolnych o nominalnych wymiarach oczka:
  - 1 mm (sito druciane)
  - 500 µm (druciane)
  - 300 µm (druciane)
  - 200 µm (druciane)
  - 100 µm (druciane)
  - 72 µm (tkanina)
  - 63 µm (tkanina)
  - 50 µm (tkanina)
  - 32 µm (tkanina)
- pokrywki ze skalą przemieszczeń;
- odbieralnika;
- wagi precyzyjnej WLC 6/F1/R o działce elementarnej 0,1 g.

Ryc. 10. Wytrząsarka wibracyjna „analysette 3"
Źródło: zdjęcie poglądowe ze strony producenta

6.3. Przygotowanie stanowiska do badań

Przed użyciem sit kontrolnych należy sprawdzić element przesiewający oraz ramę na oświetlonym tle, aby wykryć obecność defektów, zaślepień czy zanieczyszczeń.

Zanieczyszczenia usuwa się w dwóch etapach. W pierwszym etapie oczyszcza się zgrubnie element przesiewający przy użyciu sprężonego powietrzem ze sprężarki lub delikatnie czyszcząc miękkim pędzlem. Czyszczenie należy wykonać z bezpiecznej odległości, aby nie uszkodzić oczek. Następnie sita umieszcza się pojedynczo w myjce ultradźwiękowej na 30 min w temperaturze 70^{o}C. Wanienkę wypełnia się wodą destylowaną z możliwością dodania substancji powierzchniowo-czynnej.

6.4. Procedura przesiewania

1. Zważyć i zanotować masy poszczególnych sit.
2. Zasypać sito o największym nominalnym oczku badaną masą materiału, pamiętając, aby nie przeciążyć konstrukcji.
   Maksymalne obciążenie: materiał do przesiania < 1 kg
   Sita i materiał do przesiania < 6 kg
3. Ułożyć sita wraz z odbieralnikiem w stos na podstawce wytrząsarki. Bliżej wytrząsarki umieścić sito o najmniejszym nominalnym oczku.
   - jako pierwszą należy włożyć misę zbierającą, a następnie wymagane sita, luźno jedno w drugie, aż zostanie utworzony stos sit;
   - poluzować układ śrub napinających;
   - przesunąć dźwignię w dół jak na ryc. 11 a) w celu odchylenia paska za pomocą naciągacza. Czynność powtórzyć dla obu stron;
   - postawić stos sit z misą zbierającą na gumowej wykładzinie płyty wibrującej;
   - umieścić materiał, który ma być przesiany na górnym sicie;
   - włożyć odpowiednio głowicę sitową, aby wewnętrzna powierzchnia gumowej uszczelki utworzyła uszczelnienie z ramą sita górnego;
   - zahaczyć układ śrub napinających na głowicę siewną;

a) **b)**

Ryc. 11. Dźwignia zamykająca paski zębate

Źródło: FRITSCH MERAZET Instrukcja obsługi wibracyjnej wytrząsarki sitowej „analysette 3”

- przeciągnąć paski zębate (ryc. 11 a) przez nóżki zaciskające i mocno je naciągnąć;
- przesunąć dźwignię w położenie pokazane na ryc. 11 b). Upewnić się, że dźwignia zaczepia się w przestrzeni zębów paska zębatego;
- zamocować stos sit równomiernie kręcąc układem śrub napinających w kierunku zgodnym do ruchu wskazówek zegara, aż zębate paski zostaną naciągnięte;

4. Włączyć przełącznik doprowadzający prąd do urządzenia, który znajduje się z tyłu wytrząsarki tuż obok gniazda na przewód sieciowy.
5. Parametry przesiewania (czas i amplituda) dobiera się w zależności od materiału. Zaleca się stosowanie parametrów według poniższej tabeli:

Tabela 1. Parametry przesiewania

Parametr	Materiał gruboziarnisty[2]	Materiał drobnoziarnisty[3]
Czas przesiewania [min]	3 - 20	15 - 30
Amplituda [mm]	2,5 - 3	1,5 - 2, 5

Parametry przesiewania (czas i amplitudę) ustawia się za pomocą zintegrowanej ze stanowiskiem klawiatury (ryc. 12). Wprowadzane ustawienia widoczne są cyfrowym wyświetlaczu.

Ryc. 12. Widok na klawiaturę do ustawienia parametrów przesiewania

Źródło: FRITSCH MERAZET Instrukcja obsługi wibracyjnej wytrząsarki sitowej „analysette 3”

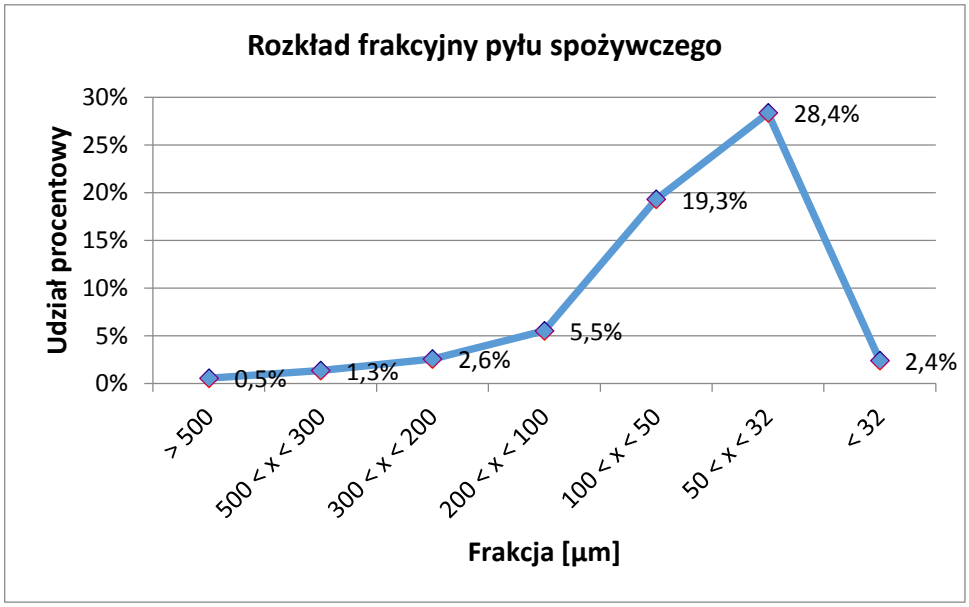
[2] wg ISO 4225
[3] jw.

6. Sprawdzić położenie sit oraz zabezpieczenie śrub. Następnie przyciskiem „START" uruchomić pracę urządzenia.
7. Dostosować przyciskiem „APMPLITUDE" drgania cząstek wewnątrz górnego sita do warunków optymalnych.

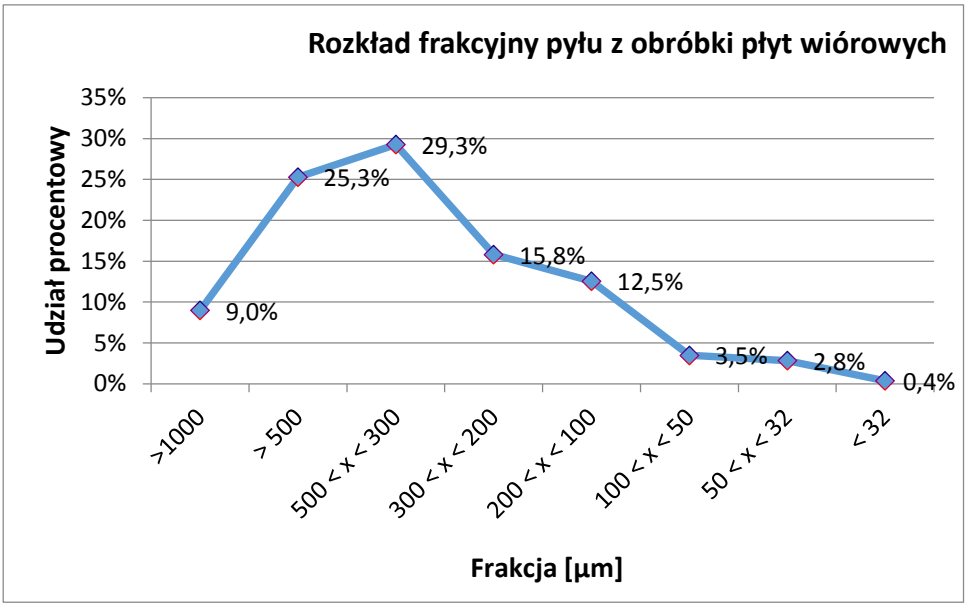
   Amplitudę można dobierać metodą wzrokową tj. kontrolując przemieszczanie się materiału na najwyżej położonym sicie tak, aby wszystkie elementy próbki drgały równomiernie lub sugerować się wartościami z tabeli 1. Odpowiednią amplitudę ustawia się obserwując podziałkę przemieszczeń, która umieszczona jest na górnej pokrywie.
8. Zważyć i zanotować masy poszczególnych sit oraz odbieralnika z pyłem.
9. Dane odnotować w protokole pomiarowym.

6.5. Analiza wyników

Wynik analizy przedstawia się w postaci wykresu, który jest elementem sprawozdania z badania pyłu. Dlatego też dane z pomiarów (protokół pomiarowy) wprowadza się do specjalnie przygotowanego arkusza kalkulacyjnego, który przelicza dane i przedstawia je w postaci rozkładu procentowego na poszczególnych sitach. Przykładowy rozkład dla pyłu spożywczego pokazano na rysunkach poniżej.



Wykres 1. Rozkład frakcyjny dla pyłu spożywczego



Wykres 2. Rozkład frakcyjny z przesiewania pyłu z obróbki płyt wiórowych

7. PODSUMOWANIE

Odpowiednie przygotowane pyłów do badań poprzez określenie rodzaju, kształtu ziarna, zmielenie, jak również wykonanie analizy sitowej jest niezbędne przy badaniach parametrów wybuchowości pyłów. Poniżej przedstawiono wyniki obserwacji i konkluzje, które powstały przy pracy z pyłami:

1. Efektywność analizy sitowej mechanicznej prowadzonej na sucho zależna jest od:
    - właściwości materiału przesiewanego;
    - amplitudy drgań wytrząsarki, rozkładu sił wewnątrz sita;
    - czasu przesiewania;
    - wilgotności powietrza;
    - charakterystyki sita.
2. Podsumowanie trudności występujących przy przesiewaniu:
    - Pochłanianie wilgoci przez pył podczas przesiewania i wilgotność pyłu – niekiedy pył wykazuje właściwości higroskopijne i pochłania wodę z powietrza. Agreguje się wtedy w postaci grudek lub tworzy skupiska utrudniając przy tym przesiewanie. Dlatego też w przypadku, gdy właściwości pyłu są znane i obawy przed wyżej wymienionym zjawiskiem uzasadnione należy pył doprowadzić do stanu równowagi z otoczeniem lub przeprowadzić analizę w warunkach wykluczających wyżej wymienione zjawiska. Często również na potrzeby badań określa się wilgotność masową próbek pyłu na

podstawie uśrednienia wilgotności 3 próbek ważonych w pewnych odstępach czasu do uzyskania stałej, niezmiennej masy;

- Zapychanie elementu przesiewającego (oczek) – ma zwykle miejsce, gdy w badanym pyle występują ziarna bliskowymiarowe (w stosunku do rozmiaru oczek) lub ziarna o nieregularnym tzw. niesferycznym kształcie. Zatrzymują się one na elemencie przesiewającym, zaślepiając oczka i zmniejszając czynną powierzchnię sita, nie przepuszczając przy tym innych cząstek. Sytuacja taka może również mieć miejsce, gdy analizie poddana zostanie zbyt duża naważka pyłu o dużej gęstości nasypowej lub gdy pył wykazuje właściwości wskazane w poprzednim punkcie. Aby zaradzić temu zjawisku ogranicza się jednorazową ilość pyłu poddaną analizie, mając na uwadze zarówno ograniczenia masowe jak i gęstość nasypową;
- Elektryzowanie się cząstek pyłu – niektóre pyły w wyniku tarć i zderzeń mogą się elektryzować i przyciągać do elementów sita lub przyciągać się z innymi cząstkami. Możliwa jest również sytuacja, w której ziarna nawet po przejściu przez dane sito przyczepią się do jego spodniej części ramy lub siatki, co bezpośrednio przełoży się na niemiarodajny wynik. Pył może się również osadzać na częściach siatki lub ramy w wyniku zbyt dużych drgań, co również może przełożyć się na nieprawidłowy wynik oznaczenia.

Czasem, aby ułatwić przesiewanie trudnych materiałów o specyficznych właściwościach można dodać do wytrząsarki i danego sita drobne lekkie przedmioty (np. kulki z tworzywa sztucznego o średnicy ok. 4 mm), co zapobiegnie agregowaniu się materiałów i zintensyfikuje proces przesiewania.

8. LITERATURA

Normy:

1. PN-ISO 2395:2000 *Sita kontrolne i analiza sitowa – Terminologia*
2. PN-EN 14034-1+A1:2011 *Oznaczanie charakterystyk wybuchowości obłoków pyłu - Część 1: Oznaczanie maksymalnego ciśnienia wybuchu pmax obłoków pyłu*
3. PN-EN 14034-2+A1:2011 *Oznaczanie charakterystyk wybuchowości obłoków pyłu -- Część 2: Oznaczanie maksymalnej szybkości narastania ciśnienia wybuchu (dp/dt)max obłoków pyłu*
4. PN-EN 14034-3+A1:2011 *Oznaczanie charakterystyk wybuchowości obłoków pyłu -- Część 3: Oznaczanie dolnej granicy wybuchowości DGW obłoków pyłu*

5. PN-ISO 3534-1:2009 *Statystyka -- Słownik i symbole - Część 1: Ogólne terminy statystyczne i terminy wykorzystywane w rachunku prawdopodobieństwa*
6. PN-EN 13821:2004 *Przestrzenie zagrożone wybuchem - Zapobieganie wybuchowi i ochrona przed wybuchem - Oznaczanie minimalnej energii zapłonu mieszanin pyłowo-powietrznych*
7. PN-EN 50281-2-1:2002 *Urządzenia elektryczne stosowane w obecności gazów palnych - Część 2-1: Metody badawcze - Metody oznaczania minimalnej temperatury zapłonu pyłu*
8. PN-83/N-03010 *Statystyczna kontrola jakości*

Instrukcje producenta:

1. FRITSCH MERAZET Instrukcja obsługi wibracyjnej wytrząsarki sitowej „analysette 3".
2. MERAZET FRITSCH Instrukcja obsługi młynki mono – planetarne „pulverisette 6".