

1. Analiza sitowa dla pyłów o wielkości ziarna powyżej 63 μm

1. Analiza sitowa dla pyłów o wielkości ziarna powyżej 63 μm.....	1
1.1. Wstęp.....	1
1.2. Przygotowanie próbki pyłu.....	2
1.3. Analiza sitowa wykonywana ręcznie.....	3
1.3.1. Zasada metody.....	3
1.3.2. Przyrządy.....	3
1.3.3. Przesiewanie przez potrząsanie i uderzanie sit.....	3
1.3.4. Przesiewanie przez mieszanie.....	5
1.3.5. Przesiewanie na mokro.....	5
1.4. Analiza sitowa mechaniczna.....	7
1.4.1. Zasada metody.....	7
1.4.2. Przyrządy.....	7
1.4.3. Kolejność przesiewania.....	8
1.4.4. Sposób przesiewania.....	9
1.5. Protokół analizy.....	9
1.6. Literatura.....	13

1.1. Wstęp

Do analizy pyłów o średnicy zastępczej powyżej 63 μm stosuje się metodę analizy sitowej wykonywanej ręcznie lub mechanicznej na sucho i na mokro. Analiza sitowa wykonywana ręcznie ma zastosowanie przy wykonywaniu analiz szczególnie ważnych, kiedy żądana jest duża dokładność oznaczania, np. przy określaniu przedziałowych skuteczności działania urządzeń odpylających lub wykonywaniu analiz rozjemczych przez laboratoria

oraz biura projektowe i konstrukcyjne w związku z zagadnieniami ochrony atmosfery przed zapyleniem.

Analiza ziarnowa powinna być przeprowadzona w taki sposób, aby w miarę możliwości scharakteryzować pył w takim stanie, w jakim znajduje się on w środowisku, z którego została pobrana próbka.

Metoda przesiewania przez potrząsanie i uderzanie może być stosowana przy pyłach łatwo przesiewających się. W przypadku pyłu o dużej zawartości niskich klas ziarnowych lub skłonnych do koagulacji należy stosować metodę przesiewania przez potrząsanie z użyciem elementów ułatwiających przesiewanie lub metodę mieszania.

Przy pyłach miękkich, lecz nierozpuszczalnych, które przy przesiewaniu na sucho mogłyby ulec rozdrobnieniu, przy pyłach ładujących się elektrostatycznie oraz pyłach bardzo higroskopijnych należy stosować przesiewanie na mokro. We wszystkich innych przypadkach może być stosowane przesiewanie mechaniczne.

Analiza sitowa może być również wykonywana dla pyłów o wielkości ziarna do 20 μm , a istnieją już sita umożliwiające wykonywanie analizy dla pyłów o wielkości ziarna do 5 μm . Są to jednak urządzenia używane w wyspecjalizowanych laboratoriach, a dokładność pomiaru ma tolerancje do 2 μm (dotyczy to urządzenia Analysette3 rysunek 1 firmy Fritsch o zakresie 5-100 μm).



Rysunek 1. Wstrząsarka „Analysette 3” – przesiewacz mikro-precyzyjny dla badania pyłów o wielkości ziarna 5–100 μm . Urządzenie firmy Fritsch.

1.2. Przygotowanie próbki pyłu

Próbkę pyłu do analizy sitowej należy przygotować zgodnie normą tzn. próbkę pyłu należy zyspać na czyste miejsce wyłożone blachą, zabezpieczone przed przeciągami i ruchem powietrza oraz możliwością zanieczyszczenia pyłu. Próbkę należy wymieszać przez co najmniej trzykrotne usypywanie z niej stożka, za każdym razem w innym miejscu. Przed przystąpieniem do wykonywania analizy próbka pyłu powinna być doprowadzona do stanu powietrzno-suchego. Ze względu na pełne wykorzystanie powierzchni sita, wielkość

próbki powinna być określona jej objętością, a nie masą. Dla sit o średnicy 200mm objętość próbki powinna wynosić około 100 cm³.

W przypadku stosowania sit o innej średnicy lub sit kwadratowych objętość próbki pyłu powinna wynosić około 30 cm³ na każde 100 cm² powierzchni sita.

1.3. Analiza sitowa wykonywana ręcznie

1.3.1. Zasada metody

Metoda polega na przesiewaniu próbki pyłu kolejno przez sita o określonych wymiarach oczek, przy czym wykonujący analizę dokonuje przesiewania ręcznie przez potrząsanie, uderzanie sita, mieszanie lub płukanie.

1.3.2. Przyrządy

- a) Komplet sit kontrolnych wg PN-67/M-94001 (przykładowe wartości wymiarów oczek dla sit znajdują się w tabeli 1).
- b) Kolečki mosiężne o średnicy około 5mm i długości około 10mm.
- c) Kostki gumowe o krawędzi około 10mm i gładkich powierzchniach.
- d) Kulki gumowe, porcelanowe lub agatowe o średnicy około 10mm.
- e) Miękki płaski pędzel o długim włosie do pomocy przy przesiewaniu przez mieszanie.
- f) Urządzenie do przepłukiwania sit wraz ze zbiornikiem cieczy z zaworem regulacyjnym w przypadku przesiewania na mokro wg rysunku 2.
- g) Miękką płaską szczoteczka na trzonku do omiotania dolnej powierzchni sita.

Tabela 1.

Podstawowe wymiary oczek dla sit tkanych, plecionych i składanych w mm.
0.022, 0.032, 0.045, 0.063, 0.090, 0.125, 0.180, 0.224, 0.250, 0.355, 0.500, 0.710, 1.00, 1.40, 2.00, 2.80, 4.00, 5.60, 8.00, 11.2, 16.0, 22.4, 31.3, 45.0, 63.0, 90.0, 125

1.3.3. Przesiewanie przez potrząsanie i uderzanie sit

1.3.3.1. Wykonanie oznaczenia

Próbkę pyłu należy przesiać kolejno przez co najmniej pięć sit wg. 1.3.2.a) o wymiarach oczek wzrastających geometrycznie, np. 63, 125, 500, 1000 i 2000µm, przy czym przesiewanie rozpoczynać od sita o najmniejszym wymiarze oczek. Na sito nałożone na denko należy nasypać próbkę pyłu i założyć pokrywkę.

Przy wykonywaniu analiz pyłów zawierających duże ilości niskich klas ziarnowych, pyłów skłonnych do koagulacji lub zapychających oczka sit, po nasypaniu próbki pyłu na sito należy dorzucić dodatkowo kolečki mosiężne w ilości około 30g na sito, kost-

ki gumowe w ilości 3 do 4 na sito albo kulki gumowe, porcelanowe lub agatowe w ilości około 20g na sito.

Przy stosowaniu sit okrągłych, sito wraz z denkiem i pokrywą należy ująć jedną ręką i, trzymając pod kątem 10° do 20° do poziomu, uderzać z częstotliwością około 120 uderzeń na 1 min o dłoń drugiej ręki trzymanej powyżej. Co 30 uderzeń należy sito przechylić do położenia poziomego, obrócić o 90° w płaszczyźnie poziomej i silnie uderzyć dłonią trzy razy w obudowę sita. Przy trudno przesiewających się pyłach oraz przy przesiewaniu przez sito o najmniejszych wymiarach oczek należy po trzeciej i piątej minucie przesiewania, a następnie co 5 min. omieść dolną powierzchnię sita miękką szczoteczką. Zmieciony pył należy dołączyć do przesiewu.

Przy stosowaniu sit o obudowie kwadratowej należy sito wraz z denkiem i pokrywą ująć w obie ręce, przytrzymując pokrywę kciukami i poruszać ruchem wahadłowym przy równoczesnej zmianie kąta pochylecia sita o około 20° . Częstotliwość wahań powinna wynosić około 120 na 1 minutę. Co 30 wahań należy sito obrócić o 90° w płaszczyźnie poziomej i silnie uderzyć trzy razy w obudowę sita na zmianę lewą i prawą dłonią. Przy trudno przesiewających się pyłach oraz przy przesiewaniu przez sita o najmniejszych wymiarach oczek należy po trzeciej i piątej minucie przesiewania, a następnie co 5 min. omieść dolną powierzchnię sita miękką szczoteczką.

Zakończenie procesu przesiewania ustalić w następujący sposób: po 15-20 min. przesiewanie należy przerwać, zdjąć denko, podłożyć pod sito papier i prowadzić przesiewanie przez 1 min. Uzyskany w ten sposób przesiew należy zebrać z papieru do uprzednio zważonego naczynka wagowego i zważyć; następnie zważony pył wsypać do uprzednio zebranego w denku przesiewu. Przesiewanie z denkiem należy prowadzić przez następne 3 min, po czym powtórzyć próbę kontrolną. Przesiewanie uznać za zakończone, jeśli ilości przesiewu zebrane na papier w dwu kolejnych próbach kontrolnych nie różnią się od siebie więcej niż o 5%.

Po zakończeniu przesiewania przez pierwsze sito o najmniejszym wymiarze oczek należy zdjąć denko i omieść dolną powierzchnię sita, dołączając zmieciony pył do przesiewu w denku. Przesiew z denka przenieść do naczynka wagowego i zważyć. Denko założyć do kolejnego sita o większym wymiarze oczek i przenieść na to sito pozostałość z pierwszego sita. omiatając je ostrożnie pędzlem. Przesiewanie należy prowadzić przez kolejne sita w opisany wyżej sposób.

1.3.3.2. Obliczanie wyników

Przesiewy z poszczególnych sit jak również pozostałość na sicie o największym wymiarze oczek należy zważyć z dokładnością do 0,01 g. Suma mas wszystkich klas ziarnowych ($\sum G_i$) nie powinna się różnić więcej niż o 2% od masy próbki pyłu G użytego do analizy. Stwierdzony ubytek pyłu U w wyniku przesiewania:

$$U = G - \sum G_i \quad (1)$$

należy podać w gramach w protokole oznaczania. Procentowe udziały klas ziarnowych W_i należy obliczyć wg wzoru:

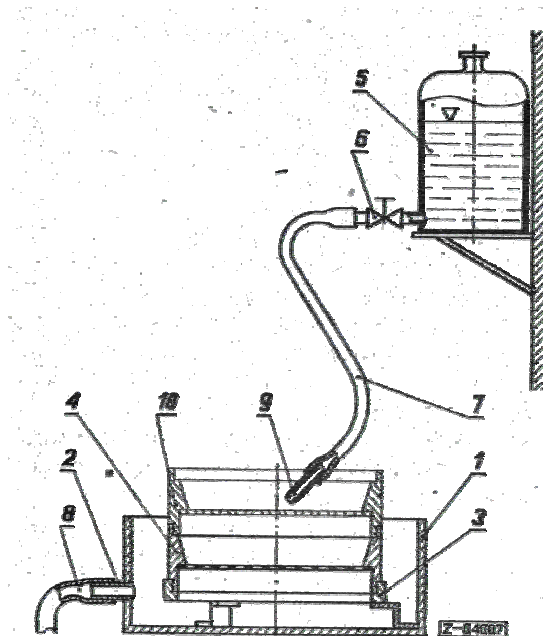
$$W_i = \frac{G_i \cdot 100}{\sum G_i} \quad (2)$$

1.3.4. Przesiewanie przez mieszanie

Próbkę pyłu przygotowaną zgodnie z zaleceniami w punkcie 1.2 należy przesiać kolejno przez co najmniej 5 sit o wymiarach oczek, np.: 63 μ m, 90 μ m, 125 μ m, 250 μ m, 500 μ m, ustalonych zgodnie wcześniej wspomnianą normą przy czym przesiewanie należy rozpocząć od sita o najmniejszym wymiarze oczek.

Na sito nałożone na denko należy nasypać próbkę pyłu i mieszać ją powoli miękkim płaskim pędzlem. Pędzel należy prowadzić pod kątem ostrym około 30° do powierzchni sita.

Sprawdzenie zakończenia procesu przesiewania oraz obliczanie wyników należy przeprowadzić analogicznie jak punkcie dotyczącym przesiewania przez potrząsanie i uderzanie sit (1.3.3).



Rysunek 2.

Schemat urządzenia do przesiewania na mokro:

- 1- naczynie szklane (parownica),
- 2- króciec przelewowy parownicy,
- 3- podstawa pod sito,
- 4- sito,
- 5- zbiornik z cieczą do przepłukiwania,
- 6- kurek regulujący natężenie wypływu cieczy,
- 7- przewód gumowy zasilający,
- 8- przewód gumowy spustowy,
- 9- końcówka wypływu cieczy,
- 10- kolejne sito przy przepłukiwaniu przez zestaw sit.

1.3.5. Przesiewanie na mokro

1.3.5.1. Wykonanie oznaczenia

Do przesiewania na mokro należy stosować ciecz nie oddziałującą chemicznie ani nie rozpuszczającą pyłu jak również nie powodującą aglomeracji poszczególnych ziarn

pyłu¹. W razie potrzeby, ciecz użyta do przepłukiwania może być odzyskana przez jej zbieranie, a następnie filtrowanie. W zależności od ilości będącego do dyspozycji pyłu, można stosować dwa sposoby przeprowadzania analizy ziarnowej:

- a) W przypadku posiadania dostatecznej ilości pyłu należy przygotować liczbę próbek równą liczbie sit. Próbki należy odważyć w zlewkach o pojemności 200 do 400ml. Następnie pył należy zalać cieczą stosowaną do przepłukiwania, w taki sposób, aby wysokość cieczy ponad warstwą pyłu wynosiła 3cm. Tak przygotowaną zawartość zlewek należy dokładnie wymieszać i następnie bez strat przez dodatkowe przepłukiwanie zlewek przelewać na poszczególne sita, umieszczone w parownicy jak na rysunku 2. Próbkę pyłu na sicie przepłukiwać strumieniem cieczy ze zbiornika, przy czym należy stosować jak najmniejsze prędkości strumienia cieczy. Po zakończeniu przepłukiwania sito wraz z pozostałością wysuszyć w temperaturze 105°C, następnie pozostałość na sicie zmieść miękkim pędzelkiem do naczynka wagowego i zważyć.
- b) W przypadku posiadania ilości pyłu nie wystarczającej do przygotowania oddzielnych próbek pyłu dla poszczególnych sit, należy przygotować jedną próbkę zgodnie z 1.2, komplet sit ułożyć wg wzrastających wymiarów oczek jedno na drugim, wstawić do parownicy zgodnie z rysunkiem 2 i próbkę pyłu umieścić na górnym sicie. Następnie prowadzić przepłukiwanie jak w podpunkcie wyżej. Proces przesiewania należy uważać za zakończony, jeżeli ciecz zastosowana do przepłukiwania po przejściu przez sito lub sita do parownicy jest praktycznie zupełnie przejrzysta.

1.3.5.2. Obliczanie wyników

Przy stosowaniu sposobu przesiewania na mokro w podpunkcie a) procentowe udziały poszczególnych klas ziarnowych W_i obliczyć wg wzoru:

$$W_i = P_i - P_{i-1} \quad (3)$$

w którym:

P_i procentowy udział pozostałości na sicie i w stosunku do całkowitej ilości pyłu przesiewanego przez to sito,

P_{i-1} procentowy udział pozostałości na sicie o kolejnym mniejszym wymiarze oczek ($i-1$) w stosunku do całkowitej ilości pyłu przesiewanego przez to sito.

Przy stosowaniu sposobu przesiewania na mokro w podpunkcie b) procentowe udziały poszczególnych klas ziarnowych obliczyć jak przy przesiewaniu przez potrząsanie i uderzanie opisanym w punkcie 1.3.3.2 z tym, że procentowy udział przesiewu przez sito o najmniejszym wymiarze oczek obliczyć wg wzoru

$$W_{\min} = 100 - \sum W_i \quad (4)$$

¹ Wykaz cieczy dla poszczególnych rodzajów pyłu (ciecze sedymentacyjne) jest podany w PN-66/Z-04008 w informacjach dodatkowych.

1.3.5.3. Liczba analiz

Należy wykonać co najmniej dwie analizy, przy czym dla każdej z klas ziarnowych różnica wyników z obydwu analiz nie może przekraczać 5% W_i .

W przypadku występowania większych różnic analizy należy powtórzyć. Jeżeli wymagana jest większa dokładność wykonania oznaczenia, np. przy wykorzystaniu wyników analizy do określenia przedziałowej skuteczności działania urządzenia odpylającego, należy wykonać większą liczbę analiz. W każdym przypadku jako wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników poszczególnych analiz.

1.4. Analiza sitowa mechaniczna

1.4.1. Zasada metody

Metoda polega na przesiewaniu próbki pyłu przez co najmniej 5 sit o wymiarach oczek wg 1.3.2, przy czym sita wprawiane są w ruch mechanicznie, za pomocą wstrząsarki. Przykładowe zestawy mechaniczne do przeprowadzania analizy ziarnowej pyłu prezentowane są na rysunkach 3,4.

1.4.2. Przyrządy

- a) Komplet sit kontrolnych.
- b) Wstrząsarka laboratoryjna.
- c) Waga laboratoryjna o dokładności ważenia do 0,01 g.
- h) Wyposażenie pomocnicze:
 - Kuleczki mosiężne o średnicy około 5mm i długości około 10mm.
 - Kostki gumowe o krawędzi około 10mm i gładkich powierzchniach.
 - Kulki gumowe, porcelanowe lub agatowe o średnicy około 10mm.
 - Miękki płaski pędzel o długim włosie do pomocy przy przesiewaniu przez mieszanie.
 - Miękka płaska szczoteczka na trzonku do omiotania dolnej powierzchni sita.



Rysunek 3. Wibracyjna wstrząsarka sitowa „Spartan” – do metody mokrej i suchej (zakres stosowania do pyłów o wielkości ziaren z przedziału $20\mu\text{m}$ do $2500\mu\text{m}$). Urządzenie firmy Fritsch.



Rysunek 4. Rotacyjna wstrząsarka sitowa „Analysette 18” – do metody suchej (zakres stosowania do pyłów o wielkości ziaren z przedziału $63\mu\text{m}$ do $6300\mu\text{m}$). Urządzenie firmy Fritsch.

1.4.3. Kolejność przesiewania

Przesiewanie należy rozpoczynać od sita o największym wymiarze oczek, przy czym komplet sit należy zestawić w taki sposób, aby sito o najmniejszym wymiarze oczek leżało bezpośrednio pod sitem o kolejnym większym wymiarze oczek. Komplet sit powinien być zamknięty od dołu denkiem. Po nasypaniu próbki pyłu na górne sito, należy je zamknąć pokrywą. Przy wykonywaniu analiz pyłów zawierających duże ilości niskich klas ziarnowych pyłów skłonnych do koagulacji lub zapychających oczka sit, należy dorzucić na poszczególne sita dodatkowo kołeczki mosiężne w liczbie około 30g na sito, włożyć kostki

gumowe albo kulki gumowe w ilości 3 do 4 na sito, porcelanowe lub agatowe w liczbie około 20g na sito.

Przy przeprowadzaniu analiz nowych rodzajów pyłów zaleca się przeprowadzenie równoległych analiz sitowych wykonywanych ręcznie w celu skontrolowania prawidłowości wyników otrzymanych na podstawie analizy wykonanej mechanicznie.

1.4.4. Sposób przesiewania

Przesiewanie następuje przez mechaniczne potrząsanie całego kompletu sit. Przy wykonywaniu analizy ziarnowej w pełnym zakresie wymiarowym oczek sit, należy podzielić komplet sit na kilka grup w ten sposób, aby w grupie pierwszej znajdowały się sita o największych wymiarach oczek, a w następnych o kolejno mniejszych wymiarach oczek. Wskazany jest taki podział, aby w grupach zawierających sita o najmniejszych wymiarach oczek była najmniejsza liczba sit (3 — 4). Przesiewanie prowadzi się oddzielnie dla każdej grupy z tym, że rozpoczynać je od grupy pierwszej o największych wymiarach oczek. Po zakończeniu przesiewania przez pierwszą grupę sit przesiew z denka przenieść na górne sito kolejnej grupy i dalej prowadzić przesiewanie.

Czas przesiewania dla każdej grupy należy ustalić doświadczalnie zgodnie z zasadą podaną w 1.3.3.1.

Przy wykonywaniu analizy pyłu łatwo przesiewającego się można przyjąć orientacyjnie następujące wartości czasów przesiewania:

Tabela 2.

Wymiar klasy ziarnowej μm	Czas przesiewania minuty
63—71	20 ÷ 30
72—160	10 ÷ 20
powyżej 160	5 ÷ 10

Po zakończeniu procesu przesiewania pozostałości na poszczególnych sitach jak również przesiew przez sito o najmniejszym wymiarze oczek należy przenieść do naczynek wagowych omiatając powierzchnię sit oraz obrzeże miękką szczoteczką i zważyć z dokładnością do 0,01 g.

Obliczanie wyników odbywa się w taki sam sposób jak przy przesiewaniu na mokro czyli według punktu 1.3.5.2. Liczbę analiz należy wykonać podobnie jak przy analizie na mokro czyli co najmniej dwie, przy czym różnica dla każdej z klas ziarnowych nie powinna przekraczać 5% W_i .

1.5. Protokół analizy

W protokóle analizy podać następujące dane:

- a) nazwę laboratorium wykonującego analizę,
- b) datę wykonania analizy,
- c) określenie próbki pyłu — jej wielkość, miejsce i datę pobrania,
- d) metodę analizy,
- e) rodzaj sit,
- f) rodzaj wstrząsarki i jej parametry charakterystyczne — amplitudę i częstotliwość wstrząsów (w przypadku wykonywania analizy mechanicznej),
- g) czas przesiewania,
- h) zestawienie wyników analizy wg tabeli 3,
- i) nazwisko i imię oraz podpis wykonującego analizę.

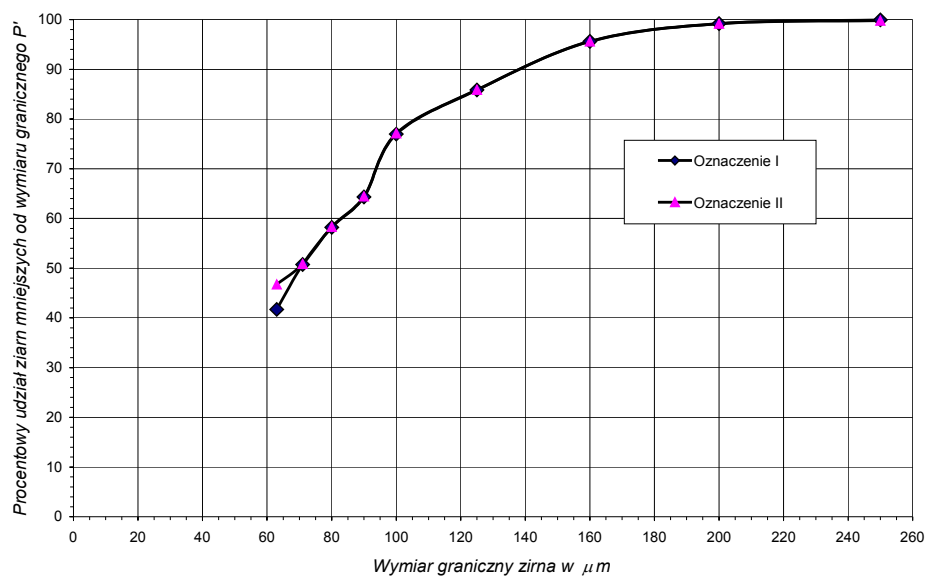
Tabela 3. Przykładowe zestawienie wyników analizy sitowej dla metody przesiewania na mokro

Nr sita	Graniczny wymiar ziarn	Wymiar klasy ziarnowej	Oznaczenie I		Udział ziarn większych od wymia- rów granicz- nych P	Oznaczenie II		Udział ziarn większych od wymia- rów granicz- nych P	Średnio	
			Udział danej klasy ziarnowej			Udział danej klasy ziarnowej			W_i	P
			G_i	W_i		G_i	W_i			
μm		g	%		g	%				
250	250	250	0,22	0,08	0,08	0,48	0,21	0,21	0,14	0,14
		250÷200	1,94	0,72		1,58	0,69		0,70	
200	200				0,80			0,90		0,85
		200÷160	9,72	3,60		8,17	3,57		3,58	
160	160				4,40			4,47		4,43
		160÷125	26,35	9,77		21,85	9,59		9,73	
125	125				14,17			14,06		14,11
		125÷100	23,95	8,88		19,88	8,69		8,76	
100	100				23,05			22,75		22,90
		100÷90	34,02	12,62		29,06	12,70		12,66	
90	90				35,67			35,45		35,56
		90÷80	16,54	6,14		14,00	6,12		6,13	
80	80				41,81			41,57		41,69
		80÷71	20,13	7,46		17,26	7,53		7,49	
71	71				49,27			49,10		49,18
		71÷63	24,38	9,02		20,98	9,18		9,10	
63	63				58,29			53,28		58,28
		63÷0	112,56	41,71		9,46	41,72		41,72	
$\sum G_i = 269,81$ $\sum W_i = 100,00$ $G = 272,63$ $U = 2,82$					$\sum G_i = 228,72$ $\sum W_i = 100,00$ $G = 232,00$ $U = 3,28$					
Procentowy udział ziarn mniejszych od wymiaru granicznego $P' = 100\% - P$										

Tabela 3a. Przykładowe zestawienie wyników sporządzone na podstawie tabeli 3.

Nr sita	Procentowy udział ziarn mniejszych od wymiaru granicznego $P' = 100\% - P$	
	Oznaczenie I	Oznaczenie II
250	99,92	99,79
200	99,2	99,15
160	95,6	95,57
125	85,83	85,89
100	76,95	77,1
90	64,33	64,44
80	58,19	58,31
71	50,73	50,82
63	41,71	46,72

Przykładowy wykres sporządzony na podstawie powyższej tabeli przedstawia rysunek 5.



Rysunek 5. Wykres udziału klasy ziarnowej pyłu mniejszej od wymiaru granicznego (wielkość oczka sita).

1.6. Literatura

1. Juda J.: Zwalczenie zapylenia. Warszawa WZ 1962.
2. PN-66/Z-04007. Analiza sitowa pyłów o wielkości ziarna ponad 63 μ m.
3. PN-67/M-94001. Sita tkane kontrolne o oczkach kwadratowych.
4. PN-58/M-94008. Sita. Wymiary oczek.
5. PN-64/Z-01001. Ochrona powietrza atmosferycznego przed zapyleniem. Pył, zapyłony gaz, urządzenia odpylające. Nazwy, określenia, symbole.
6. PN-64/Z-04000. Ochrona powietrza atmosferycznego przed zapyleniem. Przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej pyłów.
7. Katalog Firmy Fritsch: „Milling, particle sizing, dividing”.