

WYZNACZANIE ROZMIARU PRÓBY W OCENIE JAKOŚCI WIELOSKLADNIKOWYCH NIEJEDNORODNYCH UKŁADÓW ZIARNISTYCH

Jolanta Królczyk

Katedra Techniki Rolniczej i Leśnej, Politechnika Opolska

Streszczenie. Celem pracy było wyznaczenie rozmiaru próby pobranej w celu określenia jakości paszy. Hipotezę badawczą pracy sformułowano następująco: pobór jednej próby z worka paszy jest wystarczający, aby poprawnie określić jakość paszy. Zakres pracy obejmował przeprowadzenie dwóch eksperymentów badawczych dla mieszanek paszowych (8 i 12 składników), pobór prób podczas procesu workowania z 20 worków z trzech poziomów worka, określenie zawartości próbek oraz porównanie zawartości próbek pobranych z trzech poziomów. Analiza statystyczna polegała na wykorzystaniu testów statystycznych: jednoczynnikowej analizy wariancji lub testu Kruskala-Wallisa, do określenia czy występują istotne statystycznie różnice pomiędzy udziałem procentowym poszczególnych składników dla trzech poziomów poboru prób. Testy statystyczne wykazały w większości przypadków, że nie występują istotne statystycznie różnice pomiędzy udziałem procentowym poszczególnych składników dla trzech wysokości poboru prób pobranych z worków (ok. 3% objętości), tak więc wydają się, że jedna próba (ok. 1% objętości) jest wystarczająca do oceny na tej podstawie stanu mieszaniny. Niemniej jednak należy powtórzyć eksperyment dla mieszaniny i wykonać obliczenia powtórnie. Otrzymane wyniki testów statystycznych świadczących o braku różnic pomiędzy składkami procentowymi trzech poziomów prób skłaniają do wysunięcia wniosku o równomiernym rozkładzie komponentów w workach.

Słowa kluczowe: materiały ziarniste, wieloskładnikowa mieszanina, mieszanka paszowa, jakość paszy, próbkowanie

Wprowadzenie

Mieszanki materiałów ziarnistych w przeciwieństwie do wielu układów ciekłych i gazowych nigdy nie są idealnie jednorodne i o ich stanie można wnioskować wyłącznie na podstawie pobranych próbek [Boss 1987]. Skład mieszanych materiałów ziarnistych w pobranych z różnych miejsc złoża próbkach nie jest jednakowy. Nie ma kompleksowej, analitycznej metody, która pozwoliłaby określić optymalny rozmiar próbki [Fan i in. 1970, Sommer 1982].

Rozmiar pojedynczej próbki, określony liczbą zawartych w niej ziaren, jest obustronnie ograniczony. Z jednej strony najmniejsza próbka może składać się z pojedynczego ziarna, ale taka próbka nie daje informacji o całej mieszaninie. Z drugiej strony największa możliwa próbka to cały mieszany układ, który zawsze wykaże, iż mieszanina jest w stanie całkowicie losowym [Fan i in. 1970]. W tym miejscu wyłania się problem reprezentatywności próbek, ilości substancji w każdej próbce oraz łącznej liczby próbek poddanych analizie. Pobieranie prób dużych, w granicznym przypadku obejmuje cały badany materiał i możliwe jest w warunkach laboratoryjnych. W warunkach przemysłowych rozmiar próby nigdy nie przekracza 5% masy mieszanego materiału [Łysenko i in. 1977]. Rozmiar próby może być również podyktowany wymiarem produktu mieszania i wynika z jednostki opakowania, np. worek czy słoik. Od próbki wymaga się, aby była reprezentatywna. Wzrost liczby jednoczesnych i reprezentatywnych próbek powoduje liniowy wzrost kosztów oceny stanu mieszaniny.

Problem badawczy pracy dotyczył odpowiedzi na pytanie: czy można zmniejszyć ilość pobranych prób z worka z trzech do jednej, aby poprawnie wyznaczyć jakość paszy. Możliwość poboru jednej próby będzie miało wpływ na zmniejszenie kosztów analizy.

Cel i zakres pracy

Celem pracy było wyznaczenie rozmiaru próby pobranej w celu określenia jakości paszy. Hipotezę badawczą pracy sformułowano następująco: pobór jednej próby z worka paszy jest wystarczający, aby poprawnie określić jakość paszy.

Zakres pracy obejmował przeprowadzenie dwóch eksperymentów badawczych dla mieszanek paszowych (8 i 12 składników), pobór prób podczas procesu workowania z 20 worków z trzech poziomów worka, określenie zawartości próbek oraz porównanie zawartości próbek pobranych z 3 poziomów. Za pomocą testów statystycznych określono czy występują istotne statystycznie różnice pomiędzy udziałem procentowym poszczególnych składników dla trzech wysokości poboru prób z każdego z worków.

Metodyka badań

Badania eksperymentalne prowadzono na linii mieszania w przemysłowej wytwórni pasz w układzie: mieszalnik, kosz zasypowy i przenośnik i przenośnik kubelkowy. Schemat, model, wymiary mieszalnika oraz opis procesu mieszania podano we wcześniejszej pracy autora [Królczyk 2011a; Królczyk 2011b]. Przeprowadzono łącznie dwa eksperymenty dla mieszanek pasz złożonych z 8 oraz 12 składników o składzie surowcowym przedstawionym w tabeli 1. Czas mieszania wynosił 30 minut. Masa zasypanych komponentów do mieszalnika wynosiła 2100 kg.

Eksperyment polegał na poborze prób w trakcie workowania w celu określenia jakości paszy z wybranych 10 worków. Masa pojedynczego worka wynosiła 25 kg. Z każdego worka pobierano trzy próby – z trzech poziomów worka nazwanych umownie poziomem dolnym (A), środkowym (B) oraz górnym (C). Łączna ilość prób pobranych do badań wynosiła 60.

Tabela 1. Skład surowcowy badanych mieszanek paszowych
Table 1. Composition of the examined compound feed

Komponenty mieszanin ziarnistych	Mieszanka pasz 8-składnikowa	Mieszanka pasz 12-składnikowa
	Udział procentowy [%]	
Dari	0,95	1,90
Groch zielony	3,81	1,90
Groch żółty	9,05	6,67
Jęczmień	-	23,81
Kukurydza czerwona	-	2,38
Kukurydza żółta	30,48	14,29
Sorgo	8,57	10,00
Peluszka	-	3,81
Proso czerwone	-	2,38
Proso żółte	4,76	2,38
Pszenica	40,95	29,05
Słonecznik czarny	1,43	1,43
Suma	100,00	100,00

Źródło: Ovigor

Analiza statystyczna polegała na wykorzystaniu testów statystycznych: jednoczynnikowej analizy wariancji lub testu Kruskala-Wallisa, do określenia czy występują istotne statystycznie różnice pomiędzy udziałem procentowym poszczególnych składników dla trzech wysokości poboru prób (A, B, C).

Wyniki badań

Średnia masa próbek pobranych w eksperymencie dla mieszaniny złożonej z 8 komponentów wyniosła $249,56 \pm 40,83$ g (N=30), a średnia masa pobranych próbek dla mieszaniny 12-składnikowej wyniosła $278,04 \pm 63,20$ g (N=30).

Obliczenia statystyczne wykonano w programie Statistica wersja 9.1 [Statsoft 2010]. Zastosowano jednoczynnikową analizę wariancji dla przypadków spełniających założenia, iż zmienne mają w populacji rozkład normalny oraz próby pochodzą z populacji o równych wariancjach. Natomiast test Kruskala-Wallisa zastosowano, kiedy wyżej przedstawione założenia nie zostały spełnione. W przypadku stwierdzenia statystycznie istotnych różnic między udziałem procentowym poszczególnych komponentów mieszaniny dla trzech wysokości poboru prób (A, B, C) należałoby kontynuować próbkowanie z trzech wysokości złoża. W przypadku nie stwierdzenia statystycznie istotnych różnic, można kontynuować próbkowanie z worka wykonując pobór tylko jednej próby.

Poniżej zaprezentowano wyniki badań otrzymane dla jednego składnika (pszenica) dla mieszaniny 12-składnikowej (tab. 2). W tabeli zaprezentowano wyniki udziału procentowego pszenicy otrzymanych dla trzech poziomów poboru prób (A, B, C). Numery przyporządkowane do liter A, B, C oznaczają numery worków zasypywanych w trakcie workowania i są adekwatne do kolejności ich otrzymania i nie są przedmiotem analizy.

Tabela 2. Udział procentowy pszenicy dla trzech poziomów poboru prób dla mieszaniny 12- składnikowej

Table 2. Percentage share of wheat for three levels of sampling for a mixture of 12 elements

Numer próby	Udział procentowy [%]		
	Poziom A	Poziom B	Poziom C
4	31,45	32,05	31,61
12	30,39	32,35	30,80
20	29,14	28,57	29,55
...
60	28,69	30,37	27,58
68	31,40	31,06	30,05
76	31,55	31,96	31,64

Źródło: obliczenia własne

Założenia o normalności rozkładu sprawdzano stosując test Shapiro-Wilka. Ponieważ poziom istotności p jest większy od 0,05 dla 57 z 60 badanych przypadków, brak jest więc podstaw do odrzucenia hipotezy o normalności rozkładu. Tylko dla trzech przypadków mieszaniny 8-składnikowej: grochu żółtego z poziomu A ($p=0,046$) i słonecznika z poziomu B i C ($p=0,001$ i $p=0,044$) odrzucono hipotezę zerową o normalności rozkładu.

Dla przypadków o rozkładach normalnych jednorodność wariancji sprawdzono testem Levene'a. Wyniki obliczeń statystyki F oraz prawdopodobieństwo p przedstawiono zbiorczo dla wszystkich składników w tabeli 3. Tylko dla jednego przypadku mieszaniny 8-składnikowej: grochu zielonego ($p=0,027$) odrzucono hipotezę zerową o homogeniczności wariancji. W pozostałych przypadkach obliczona wartość p jest duża, a zatem wnioskujemy, że na poziomie istotności $\alpha=0,05$ brak jest podstaw do odrzucenia hipotezy o homogeniczności wariancji cechy udziału procentowego w wyróżnionych poziomach poboru prób.

Tabela 3. Wyniki obliczeń testu Levene'a dla mieszaniny 8 i 12-składnikowej

Table 3. Levene's test results for an 8 - and 12 - components mixture

Ilość składników mieszaniny	Nazwa składnika	F	p	Ilość składników mieszaniny	Nazwa składnika	F	p
8	Pszenica	0,862	0,434	12	Kukurydza czerwona	0,131	0,878
8	Kukurydza	0,260	0,773	12	Sorgo	0,461	0,635
8	Groch zielony	4,154	0,027	12	Groch żółty	0,513	0,605
8	Sorgo	1,287	0,292	12	Groch zielony	0,174	0,841
8	Dari	2,197	0,131	12	Peluszka	1,208	0,314
8	Proso żółte	0,395	0,677	12	Proso żółte	0,315	0,733
12	Pszenica	0,461	0,635	12	Proso czerwone	0,230	0,796
12	Jęczmień	0,095	0,909	12	Dari	0,048	0,954
12	Kukurydza żółta	0,559	0,578	12	Słonecznik czarny	0,521	0,600

Źródło: obliczenia własne

W przypadku, gdy założenia o normalności rozkładu i równości wariancji zostały spełnione, zastosowano jednoczynnikową analizę wariancji. Hipoteza zerowa została sformułowana następująco:

$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3$ Średnie wartości udziału procentowego w poziomach poboru prób z worka A, B, C są równe.

Wobec tego hipoteza badawcza brzmi:

$H_1: \mu_1 \neq \mu_2 = \mu_3$ lub $\mu_1 = \mu_2 \neq \mu_3$ lub $\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$ Istnieje co najmniej jeden poziom poboru prób o różnych średnich wartościach udziału procentowego składnika (pszenicy, kukurydzy, itd.).

Otrzymane wyniki wartość testu F oraz prawdopodobieństwa p jednoczynnikowej analizy wariancji zaprezentowano w tabeli 4.

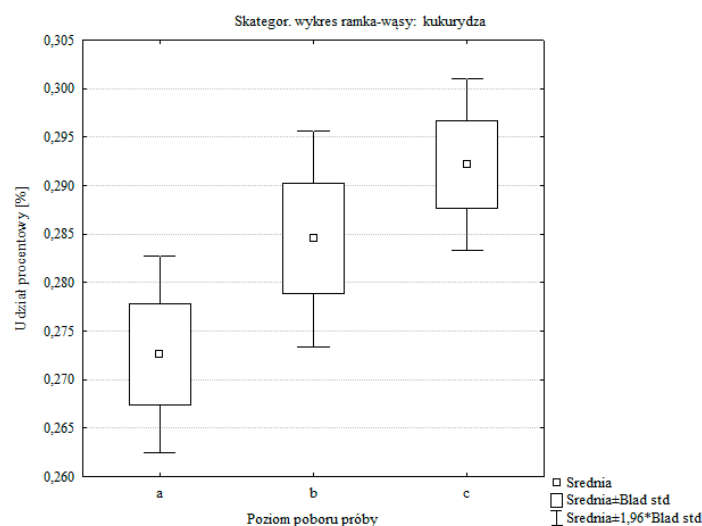
Tabela 4. Wyniki obliczeń jednoczynnikowej analizy wariancji dla mieszaniny 8 i 12-składnikowej
Table 4. The results of one-way analysis of variance calculations for an 8 - and 12 - components mixture

Ilość składników mieszaniny	Nazwa składnika	F	p	Ilość składników mieszaniny	Nazwa składnika	F	p
8	Pszenica	0,016	0,984	12	Sorgo	0,124	0,884
8	Kukurydza	3,659	0,039	12	Groch żółty	0,409	0,668
8	Sorgo	0,055	0,947	12	Groch zielony	0,082	0,922
8	Dari	0,809	0,456	12	Peluszka	0,204	0,817
8	Proso żółte	1,589	0,223	12	Proso żółte	0,898	0,419
12	Pszenica	0,124	0,884	12	Proso czerwone	1,911	0,167
12	Jęczmień	0,639	0,536	12	Dari	3,165	0,058
12	Kukurydza żółta	0,166	0,848	12	Słonecznik czarny	1,623	0,216
12	Kukurydza czerwona	0,039	0,962				

Źródło: obliczenia własne

Przechodząc do interpretacji wyników przedstawionych w tabeli 4 można stwierdzić, iż tylko w jednym przypadku (dla kukurydzy dla mieszaniny 8-składnikowej) na poziomie istotności $\alpha=0,05$ średnie wartości udziału procentowego w próbach pobranych z poziomu A, B, C są różne, więc istnieje co najmniej jeden poziom poboru prób A, B lub C o różnych średnich wartościach udziału procentowego kukurydzy. W pozostałych przypadkach brak jest podstaw do odrzucenia hipotezy zerowej, a więc średnie wartości udziału procentowego w poziomach poboru prób z worka A, B, C są równe. Oznacza to, iż można pobierać z jednego worka tylko jedną próbę, zamiast trzech, aby poprawnie wyznaczyć jakość mieszaniny. Dla kukurydzy ($p=0,039$) wykonano test wielokrotnych powtórzeń, aby sprawdzić, które ze średnich różnią się istotnie. Wykonano test Tukeya. Pomiedzy parą średnich A i C różnice są istotnie statystycznie ($p=0,032$). Dla pozostałych par A i B oraz B i C brak jest podstaw do odrzucenia hipotezy o ich równości ($p=0,248$ i $p=0,554$). Można to zinterpretować, gdyż udział A odpowiada dolnej zawartości mieszaniny, natomiast

udział C odpowiada górnej zawartości worka. Świadczy to w tym przypadku o nierównomiernym wymieszaniu składników. Wyniki analizy przedstawiono dodatkowo na wykresie ramka-wąsy (rys. 1).



Źródło: obliczenia własne

Rys. 1. Wykres podstawowych statystyk dla prób z poziomu A, B, C dla kukurydzy
 Fig. 1. Diagram of basic statistics for samples from the A, B, C level for maize

Dla trzech składników (groch żółty i zielony, słonecznik czarny) dla mieszanki pasz 8-składnikowej zastosowano nieparametryczny test Kruskala-Wallisa. Otrzymane wyniki wartość testu F oraz prawdopodobieństwa p zaprezentowano w tabeli 5.

Tabela 5. Wyniki obliczeń testu Kruskala-Wallisa dla mieszaniny 8-składnikowej
 Table 5. The results of Kruskal-Wallis test calculations for an 8 – components mixture

Ilość składników mieszaniny	Nazwa składnika	H	p
8	Groch żółty	3,657	0,161
8	Groch zielony	0,070	0,966
8	Słonecznik czarny	3,259	0,196

Źródło: obliczenia własne

Jak widać z tabeli 5 w żadnym z badanych przypadków prawdopodobieństwo p nie było mniejsze niż 0,05, a więc średnie wartości udziału procentowego w poziomach poboru prób z worka A, B, C są równe. Oznacza to, iż również dla tych składników można pobrać z jednego worka tylko jedną próbę, zamiast trzech, aby poprawnie wyznaczyć jakość mieszaniny.

Dyskusja

W literaturze można spotkać się z próbami oszacowania wielkości pobieranych próbek. W pracy Sołtyśka [Sołtysek 1996] określano wpływ wielkości pobieranych próbek na dokładność oceny jakości mieszanki. Pracę wykonano w warunkach laboratoryjnych w mieszalniku bębnowym. Badano układy dwuskładnikowe, a materiał do badań pobierano próbobierzami rurowymi o różnych średnicach cylindra wewnętrznego. Wykazano, że wielkość pobranej próbki ma decydujący wpływ na obraz stanu mieszanki. Najmniejsze próbobierze nie przedstawiły prawdziwego stanu mieszanki, gdyż wynika to z małej pojemności komór próbobierzy (ok. 0,1%, 0,2%, 0,5%, 0,6% objętości). W przypadku największych próbobierzy (ok. 2%, 2,5%, 3,5%) obrazowały one stan mieszanki. Lacey [Lacey 1942] wykazał, że liczebność próbki nie ma znaczenia w opisie układu w stanie segregacji. Potwierdzono tę tezę również w innych pracach [Borzymiński, Fryt 1998]. W miarę postępu procesu wpływ ten rośnie i jest największy w stanie całkowicie losowym. Williams [Williams 1970] wykazał, iż próbki powinny zawierać przynajmniej kilkaset ziaren. Wniosek ten dotyczy wyrażenia na stopień zmieszania zawierającego wariancję lub odchylenie standardowe.

Podsumowując przedstawione wyżej wyniki badań można stwierdzić, że większość wykonanych testów statystycznych wykazała brak różnic (na poziomie istotności statystycznej $\alpha=0,05$) średnich wartości udziału procentowego poszczególnych komponentów z prób pobranych z różnych poziomów worka paszy. W przypadku mieszanki 12-składnikowej testy statystyczne wykazały brak różnic dla wszystkich komponentów paszy. Tak więc można przyjąć hipotezę badawczą pracy mówiącą o możliwości zmniejszenia ilości pobranych prób z worka z trzech (ok. 3% objętości) do jednej (ok. 1%), aby poprawnie wyznaczyć jakość paszy. Jakkolwiek w jednym przypadku dla kukurydzy wchodzącej w skład mieszanki 8-składnikowej wykazano istotne różnice pomiędzy poziomami poboru prób ($p=0,039$). Test Tukeya wykazał istotne różnice tylko dla jednej pary z poziomu dolnego i górnego. Pozostałe poziomy w układzie dolny i środkowy oraz środkowy i górny nie wykazały różnic udziału procentowego. Dla pozostałych siedmiu komponentów mieszanki 8-składnikowej testy statystyczne wykazały brak różnic pomiędzy średnimi udziałami procentowymi dla poziomów A, B, C.

Otrzymane wyniki testów statystycznych o braku różnic pomiędzy składami procentowymi trzech poziomów prób skłaniają do wysunięcia wniosku o równomiernym rozkładzie komponentów w workach. Jakkolwiek jeden badany przypadek przeczy temu wnioskowi, zatem należałoby powtórzyć eksperyment dla badanych mieszanin, gdyż błędny pobór prób nie da właściwej odpowiedzi na pytanie o stan mieszanin.

Wnioski

1. Nie ma kompleksowej, analitycznej metody, która pozwoli określić optymalny rozmiar próbki. Rozmiar próby zależy od rodzaju badanego materiału i sposobu pobierania prób do badań.
2. Kierując się doborem wielkości próby, należy brać pod uwagę koszt i czas przeprowadzenia analizy.

3. Można zmniejszyć ilość pobranych prób, pod warunkiem, że próba będzie nadal reprezentatywna.
4. Testy statystyczne: jednoczynnikowa analiza wariancji oraz test Kruskala-Wallisa wykazały, że nie występują istotne statystycznie różnice pomiędzy udziałem procentowym poszczególnych składników dla trzech wysokości poboru prób pobranych z worków (ok. 3% objętości), tak więc wydaje się, że jedna próba jest wystarczająca do oceny na tej podstawie stanu mieszaniny (ok. 1% objętości). Wskazane jest jednak powtórzenie eksperymentu ze względu na jeden przypadek składnika, gdzie wykazano istotne różnice.
5. Otrzymane wyniki testów statystycznych o braku różnic pomiędzy składami procentowymi trzech poziomów prób skłaniają do wysunięcia wniosku o równomiernym rozkładzie komponentów w workach.

Bibliografia

- Borzymiński K., Fryt M.** (1998): Liczność próby a ocena stopnia zmieszania materiałów ziarnistych w mieszalniku przesypowym. Praca magisterska. Biblioteka Katedry Techniki Rolniczej i Leśnej Politechniki Opolskiej, Opole (niepublikowane).
- Boss J.** (1987): Mieszanie materiałów ziarnistych. PWN, Warszawa-Wrocław, ISBN 83-01-07058-7.
- Fan L. T., Chen S. J., Watson C. A.** (1970): Solids Mixing. *Ind. Eng. Chem.*, 62, No 7, 53-69.
- Lysenk K.W., Muromcew J.L., Orłow W.L., Strelcow W.W.** (1977): O predelenije količestwa I wieličiny prob pri isseledovani processa smešenija. *Izv. Vyss. Učebn. Zaved., Chim. Technol.* 20, 1, 126-128.
- Królczyk J.** (2011a): Analiza zmian jakości wieloskładnikowych mieszanin ziarnistych na linii mieszania w przemysłowej wytwórni pasz. *Inżynieria Rolnicza*, 5(130), 125-133.
- Królczyk J.** (2011b): Określenie efektywnego czasu mieszania z recyrkulacją składników dla dziesięcioskładnikowej mieszanki paszowej. *Inżynieria Rolnicza*, 5(130), 135-141.
- Lacey P.M.C.** (1943): The mixing of solids particles. *Trans. Instn. Chem. Engrs*, 21, 53-59.
- Sołtysek P.** (1996): Wpływ wielkości pobieranych próbek na dokładność oceny jakości mieszaniny. Praca inżynierska. Biblioteka Katedry Techniki Rolniczej i Leśnej Politechniki Opolskiej, Opole (niepublikowane).
- Sommer K.** (1982): Wie vergleicht man die Mischfähigkeit von Feststoff-mischer? *Aufbereitungs-Technik*, 23, No 5, 266-269.
- StatSoft, Inc.** (2010): STATISTICA (data analysis software system). version 9.1. www.statsoft.com
- Williams J.C.** (1970): The properties of non-random mixtures of solid particles. *Powder Technology*, 3, 189-194.

DETERMINATION OF THE SAMPLE SIZE IN ASSESSING THE QUALITY OF MULTICOMPONENT HETEROGENEOUS GRANULAR SYSTEMS

Abstract. The aim of this study was to determine the size of the collected sample to describe the quality of feed. Research hypothesis was formulated as follows: the collection of a sample from the bag of feed is sufficient to properly determine the quality of the feed. The scope of research included conducting two research experiments for feed mixture (8 and 12 ingredients), sampling during the bagging from 20 bags from three levels of the bag, determining the content of samples and compare the content of samples taken from three levels. Statistical analysis was based on the use of statistical tests: one-way analysis of variance or Kruskal-Wallis test to determine whether there are significant differences between the percentage share for three levels of sampling. Statistical tests showed that there are no statistically significant differences between the percentage of the individual components of three levels of samples taken from bags (about 3% of volume), so it seems that one sample (about 1% of volume) is sufficient to assess the mixture quality on this basis. However, the experiment should be repeated and the calculation should be repeated as well. The results of statistical tests proving no differences between the configurations of three levels of samples incline to make a conclusion about evenly distributed components in bags.

Key words: granular materials, multi-component mixture, feed mixture, feed quality, sampling

Adres do korespondencji:

Jolanta Królczyk; e-mail: j.krolczyk@po.opole.pl
Katedra Techniki Rolniczej i Leśnej
Politechnika Opolska
ul. Mikołajczyka 5
45-271 Opole



*Dofinansowanie ze środków Wojewódzkiego Funduszu Ochrony Środowiska
i Gospodarki Wodnej w Opolu*