

BADANIE SKUTECZNOŚCI MIESZANIA MIESZARKI ŁOPATOWEJ NIEOBCIĄŻONEJ ZMIENNOŚCIĄ METODY ANALITYCZNEJ

Sławomir Walczyński

Instytut Zootechniki – Państwowy Instytut Badawczy, Krajowe Laboratorium Pasz w Lublinie

Streszczenie. Wykonano badanie skuteczności mieszania mieszarki poziomej łopatej przeznaczonej zarówno do produkcji mieszanek pełnoporcjowych, jak i uzupełniających. Celem pracy była ocena jakości mieszania mieszarki łopatej w warunkach uwzględniających składową zmienność metody oznaczania składnika kluczowego (cynku). Jako wsad testowy zastosowano mieszaninę 1000 kg śruty pszennej i tlenku cynku o masie 0,1 kg oraz 0,01 kg, co odpowiada dokładności mieszania na poziomie odpowiednio 1:10 000 i 1:100 000. Badanie wykonano w dwóch etapach. W pierwszym, po każdym z trzech kroków mieszania (120 s, 180 s i 240 s), pobierano próbkę seryjną składającą się z 10 próbek pierwotnych. W drugim etapie pobrano próbkę seryjną po 180 s mieszania. Obliczona niejednorodność badanego składnika nieobciążona zmiennością metody analitycznej zawierała się w przedziale od 2,39% do 4,52%, a tolerancja techniczna od 4,78% do 9,04%. Według rozporządzenia (Rozporządzenie Komisji UE, 2010) dopuszczalna tolerancja techniczna T_h dla zawartości Zn w zakresie 1–500 mg·kg⁻¹ wynosi 20% – mieszarka spełniła wymagania prawne.

Słowa kluczowe: mieszarka, jakość mieszania, metoda, tolerancja techniczna

Wprowadzenie

Podczas mieszania materiałów sypkich składniki są rozpraszane w całej objętości mieszalnika przez chaotyczny, przypadkowy ruch ziaren. Rezultatem tego procesu jest otrzymanie mieszaniny jednorodnej, jednak taki efekt jest stosunkowo trudny do uzyskania ze względu na złożoność zagadnienia i występowanie czynników mających istotny wpływ na przebieg mieszania. Ocena stanu mieszaniny opiera się na analizie statystycznej, ponieważ rozpatrywany proces w odniesieniu do ziaren ma naturę losową. (Boss, 1987; Grochowicz, 1996; Stręk, 1981).

W przemyśle paszowym ocena jakości wymieszania w badaniach urzędowych przeprowadzana jest według Instrukcji Głównego Lekarza Weterynarii (Instrukcja GLW, 2005). Od momentu jej publikacji trwają prace nad doskonaleniem przyjętych założeń.

Ostatnią propozycją jest wprowadzenie obliczania niejednorodności mieszanki, która nie jest obciążona zmiennością metody chemicznej zastosowanej do analizy składnika kluczowego. Uwzględnienie zmienności metody (powtarzalności) w ocenie homogeniczności umożliwia wyeliminowanie niepewności pomiaru, pochodzącej od zastosowanej metody analitycznej, a tym samym – dokładniejszą ocenę składu mieszaniny. Do obliczeń zastosowano prawo propagacji błędów Gaussa według podręcznika Nordtest (Grøn i in., 2007).

W pracy przedstawiono także możliwość zastosowania aktualnych rozwiązań prawnych w zakresie dopuszczalnych odchyłań w zawartości dodatków paszowych w paszach (Rozporządzenie Komisji UE, 2010) do oceny jakości pracy mieszarki.

Cel pracy

Celem pracy była ocena jakości mieszania mieszarki łopatej w warunkach uwzględniających składową zmienność metody chemicznej, wykorzystanej do oznaczania składnika kluczowego (cynku).

Metodyka badań

Wykonano badanie dokładności mieszania przemysłowej mieszarki poziomej łopatej o maksymalnym zasypie 1000 kg. Wsadem testowym była mieszanina śruty pszennej o masie 1000 kg i tlenek cynku w ilości 0,1 kg i 0,01 kg, co odpowiada dokładności mieszania na poziomie odpowiednio 1:10 000 i 1:100 000. Mieszadło napędzane silnikiem MR 180 M-4 o mocy 18,5 kW poprzez reduktor Bonfiglioli F803 H90 uzyskiwało prędkość obrotową 25,9 obr·min⁻¹. Badanie podzielono na 2 etapy. W pierwszym, w którym dokonano oceny skuteczności mieszania na poziomie 1:10 000, wykonano 3 mieszania. Po każdym kroku mieszania wynoszącym 120 s, 180 s i 240 s pobierano próbkę seryjną, składającą się z 10 próbek pierwotnych o masie 150 g każda. W drugim etapie, w którym oceniano skuteczność procesu na poziomie 1:100 000, pobrano 10 próbek pierwotnych o masie 150 g każda po 180 s mieszania. Czynności próbobiorcze przeprowadzono, stosując wymagania techniczne zgodne z obowiązującymi przepisami w tym zakresie (Rozporządzenie Komisji WE, 2009), a ocenę homogeniczności według Instrukcji Głównego Lekarza Weterynarii (Instrukcja GLW, 2005). Oznaczenie cynku w próbkach wykonano metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

Do obliczeń niejednorodności nieobciążonej zmiennością metody zastosowano prawo propagacji błędów Gaussa według podręcznika Nordtest (Grøn i in., 2007). Współczynniki obliczono według wzorów 1 i 2.

$$CV_m = \sqrt{CV_r^2 + CV_h^2} \quad (1)$$

$$CV_h = \sqrt{CV_m^2 - CV_r^2} \quad (2)$$

gdzie:

CV_m – obliczony współczynnik zmienności,

CV_r – współczynnik zmienności metody (powtarzalność),

CV_h – współczynnik zmienności niejednorodności badanego składnika (standardowa niejednorodność).

Współczynnik zmienności wyników CV_m obliczono według wzoru (3):

$$CV_m = \frac{SD}{\bar{x}} \cdot 100\% \quad (3)$$

Rozstęp pomiędzy powtórzeniami obliczono ze wzoru (4):

$$d = X_1 - X_2 \quad (4)$$

Wartość $r\%$ obliczono ze wzoru (5):

$$r\% = \frac{|d|}{\bar{x}} \cdot 100\% \quad (5)$$

Wartość $r\%_{sr}$ obliczono ze wzoru (6):

$$r\%_{sr} = \sum_{i=1}^n \frac{r\%_i}{n} \quad (6)$$

gdzie:

$r\%_i$ – wartość współczynnika r dla kolejnego oznaczenia próbki pierwotnej,

n – liczba próbek pierwotnych.

Współczynnik zmienności metody (powtarzalność) CV_r obliczono ze wzoru (7):

$$CV_r = \frac{r\%_{sr}}{d_2} \quad (7)$$

d_2 jest zależne od ilości powtórzeń i dla 2 powtórzeń wynosi 1,128.

Pomiar wielkości i kształtu cząstek mieszaniny wykonano metodą optyczno-elektroniczną (Kamiński i in., 2007) przy pomocy analizatora AWK 3D firmy Kamika Instruments.

Wyniki badań i analiza

Do badania skuteczności mieszania mieszarki łopatej wykorzystano mieszaninę 1000 kg śruty pszennej i tlenku cynku, którego dodatek był na poziomie 0,1 kg i 0,01 kg. Zmierzone wielkości cząstek w trzech wymiarach i ich kształt zestawiono w tabeli 1 i 2. Mieszanina w obu przypadkach zawierała dużą ilość cząstek, których kształt sprzyjał procesowi mieszania; występowało odpowiednio 23 i 19% cząstek zbliżonych do kuli oraz 62 i 64% cząstek zbliżonych do walca (tab. 2). Oznaczona zawartość cynku w próbkach pierwotnych wahała się w przedziale od 90,8 do 118 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ (pierwszy etap badań) oraz

67,8 do 76,0 mg·kg⁻¹ (drugi etap badań). Wyższy poziom cynku w próbkach, powyżej wartości wprowadzonej przez dodatek tlenku cynku, był spowodowany obecnością tego pierwiastka w śrucie pszennej, którego zawartość, według danych literaturowych (Kaczor i in., 2009; Szymczak i in., 1993), zawiera się w przedziale od 7,2 do 74 mg·kg⁻¹.

Tabela 1

Obliczona wielkość cząstek tworzących mieszaninę w zależności od mierzonego parametru

Table 1

The calculated size of fractions which form a mixture in relation to the measured parameter

Parametr	Dokładność mieszania 1:10.000			Dokładność mieszania 1:100.000		
	Długość	Szerokość	Wysokość	Długość	Szerokość	Wysokość
D _n (µm)	629,2	595,9	793,7	695,2	667,2	1156,3
D _s (µm)	699,5	662,8	1242,0	783,8	758,2	1678,7
D _v (µm)	794,4	752,0	1580,6	904,3	878,8	2064,0
D _{geo} (µm)	577,4	506,9	358,8	586,2	554,3	710,0

D_n-średnia wielkość cząstki w rozkładzie ilościowym, D_s-średnia wielkość cząstki w rozkładzie powierzchniowym, D_v-średnia wielkość cząstki w rozkładzie objętościowym, D_{geo}-średnia geometryczna

Tabela 2

Kształty cząstek tworzących mieszaninę doświadczalną w rozkładzie objętościowym

Table 2

Shapes of fractions which form experimental mixture in the volume distribution

Kształt	Udział procentowy (%)	
	1:10 000	1:100 000
Kula	23,01	18,81
Dysk	6,65	7,28
Walec	62,21	63,79
Klinga	8,13	10,13

W tabeli 3 przedstawiono przykładowy sposób obliczania niejednorodności mieszaniny śruty pszennej i tlenku cynku wprowadzonego w proporcji 1:100 000 i czasie mieszania 180 s.

Wszystkie obliczone wartości współczynników CV_m i CV_h spełniały kryterium CV ≤ 10%, będące akceptowaną wartością stopnia wymieszania według Instrukcji Głównego Lekarza Weterynarii (Instrukcja GLW, 2005) oraz danych literaturowych (McEllhiney, 1994). Najlepsze efekty w obu przypadkach uzyskano dla czasu mieszania t = 180 s, gdzie obliczona standardowa niejednorodność wyniosła CV_h = 2,39% (udział ZnO = 0,1 kg) oraz 3,63% (udział ZnO = 0,01 kg).

Tabela 3

Obliczanie niejednorodności mieszaniny; dokładność 1:100.000, czas mieszania 180 s

Table 3

Calculation of inhomogeneity of mixture; precision 1:100,000, mixing time 180 s

Próbka	Powtórzenie 1	Powtórzenie 2	Wartość średnia	Rozstęp	$r\% = \frac{ d }{\bar{x}} \cdot 100$ (%)
	X_1 (mg·kg ⁻¹)	X_2 (mg·kg ⁻¹)	X_{sr} (mg·kg ⁻¹)	d (mg·kg ⁻¹)	
1	70,7	71,2	70,95	-0,5	0,7047
2	75,9	75,9	75,90	0	0,0000
3	67,6	68,0	67,80	-0,4	0,5900
4	72,8	75,8	74,30	-3,0	4,0377
5	71,2	73,1	72,15	-1,9	2,6334
6	73,1	70,8	71,95	2,3	3,1967
7	74,8	77,3	76,05	-2,5	3,2873
8	70,0	71,9	70,95	-1,9	2,6779
9	67,9	68,1	68,00	-0,2	0,2941
10	72,5	72,8	72,65	-0,3	0,4129

Tabela 4

Wyniki badania dokładności mieszarki łopatkowej

Table 4

Results of the research on the precision of a blade mixer

Dokładność mieszania	Czas mieszania (s)	Średnia z 10 pomiarów 2 powtórzeń	SD	CV _m (%)	CV _r (%)	CV _h (%)
1:10 000	120	102,5 ^a	5,147	5,02	2,19	4,52
	180	104,8 ^b	3,218	3,07	1,93	2,39
	240	112,3 ^c	5,229	4,66	2,78	3,74
1:100 000	180	72,1	2,851	3,96	1,58	3,63

a, b, c – różnice istotne przy p<0,05

Dokonano także oceny poziomów tolerancji technicznych według rozporządzenia 939/2010 (Rozporządzenie Komisji UE, 2010) wymieszanych mieszanin doświadczalnych. W części B powyższego rozporządzenia określono tolerancje dla dodatków paszowych opatrzonych etykietą, które obejmują jedynie odchylenia techniczne. Stosują się one do dodatków wymienionych w wykazie dodatków paszowych i w wykazie składników analitycznych.

Standardowa tolerancja techniczna (t_h) jest obliczana na podstawie wyników badań homogeniczności pasz, a jej miarą jest współczynnik zmienności CV wyrażony w procentach. Szacowanie dozwolonych tolerancji, podobnie jak w przypadku niepewności metody, prowadzi się z prawdopodobieństwem 95%. Aby zatem obliczyć dozwoloną tolerancję T_h (%), należy przyjąć współczynnik rozszerzenia $k = 2$, czyli $T_h = 2 \cdot t_h$. Obliczone tolerancje zestawiono w tabeli 5. Wszystkie spełniły kryteria zawarte w rozporządzeniu. Dopuszczalna tolerancja techniczna dla zawartości Zn w zakresie 1–500 mg·kg⁻¹ wynosi 20%, a obliczone dla wszystkich przypadków zawierały się w przedziale od 6,14% do 10,04%.

Tabela 5
Obliczenia tolerancji technicznej dla badanej mieszarki

Table 5
Calculation of technical tolerance of the researched mixer

Analizowany składnik	Zawartość składnika (mg·kg ⁻¹)	Homogeniczność CV _m (%) t _h	Obliczona tolerancja techniczna T _h (%)	Załącznik IV Część B	Ocena
Cynk	102,5	5,02	10,04	20%	+
	104,8	3,07	6,14		+
	112,3	4,66	9,32		+
	72,1	3,96	7,92		+

Podsumowanie

1. Mieszana śruty pszennej i cynku jest dobrym czynnikiem badawczym do oceny jakości pracy mieszarki.
2. Uwzględnienie zmienności metody (powtarzalności) w ocenie homogeniczności umożliwia wyeliminowanie niepewności pomiaru, pochodzącej od zastosowanej metody analitycznej, a tym samym – dokładniejszą ocenę składu mieszaniny.
3. Mieszarka w badanych warunkach wytwarzała produkty paszowe o jakości zgodnej z wymaganiami w tym zakresie. Najlepsze efekty uzyskano po 180 s mieszania, gdzie niejednorodność produktu paszowego nieobciążona zmiennością metody wyniosła 2,39% dla dokładności mieszania na poziomie 1:10 000 i 3,63% dla dokładności mieszania na poziomie 1:100 000.

Literatura

- Boss, J. (1987). *Mieszanie materiałów ziarnistych*. WNT, Warszawa, ISBN 83-01-07058-7.
- Grochowicz, J. (1996). *Technologia produkcji mieszanek paszowych*. PWRiL, Warszawa, ISBN 83-09-01656-5
- Grøn, Ch.; Hansen, J. B.; Magnusson, B.; Nordbotten, A.; Krysell, M.; Andersen, K. J.; Lund, U. (2007). *Uncertainty from sampling – A Nordtest handbook for sampling planners on sampling quality assurance and uncertainty estimation*. Nordic Innovation Centre, Norway, ISSN 0283-7234.
- Instrukcja GLW. (2005). *Ocena homogeniczności mieszanek paszowych na podstawie badania stopnia wymieszania składnika kluczowego*. Instrukcja Głównego Lekarza Weterynarii. IZ-PIB KLP. Lublin
- Kaczor, A.; Brodowska, M. (2009). Zawartość i pobranie miedzi i cynku przez rośliny w zależności od formy siatki oraz od sposobu nawożenia azotem. *Zeszyty Problemowe Postępów Nauk Rolniczych*, 541, 165-170.
- McEllhiney, R.R. (1994). *Feed manufacturing technology IV*. AFIA, Inc. Arlington
- Rozporządzenie Komisji (WE). (2009). Rozporządzenie Komisji (WE) nr 152/2009 z dnia 27 stycznia 2009 r. ustanawiające metody pobierania próbek i dokonywania analiz do celów urzędowej kontroli pasz (Dz.U. L 54, zał. I z 26.02.2009 r.).

- Rozporządzenie Komisji (UE). (2010). Rozporządzenie Komisji (UE) nr 939/2010 z dnia 20 października 2010 r. zmieniające załącznik IV do rozporządzenia (WE) nr 767/2009 dotyczący dopuszczalnych tolerancji w odniesieniu do etykietowania składu materiałów paszowych lub mieszanek paszowych, o których mowa w art. 11 ust. 5. Dziennik Urzędowy Unii Europejskiej, L277/4 z 21.10.2010.
- Stręk, F. (1981). Mieszanie i mieszalniki. *Inżynieria chemiczna*. WNT, Warszawa, ISBN 83-204-0289-1.
- Szymczak, J.; Iłow, R.; Regulska-Iłow, B. (1993). Zawartość miedzi i cynku w warzywach, zbożach, owocach i glebie pochodzących z terenów o zróżnicowanym zanieczyszczeniu przemysłowym oraz ze szklarni. *Rocznik PZH*, 44(4), 347-359.

INVESTIGATION OF THE EFFICIENCY OF A BLADE MIXER NOT LOADED WITH VARIABILITY OF THE ANALYTICAL METHOD

Abstract. Investigation of the efficiency of mixing of a horizontal blade mixer for both production of full portion mixtures as well as complimentary mixtures was carried out. The objective of the paper was to assess the quality of mixing of a blade mixer in conditions including a constituent variability of a key element marking method (zinc). Mixture of 1 000 kilo of a wheat meal and zinc oxide of the mass of 0,2 kilo and 0,01 kilo were used as a test batch, which reflects precision of mixing on the level of respectively 1:10 000 and 1:100 000. The test was carried out in two stages. In the first stage, after each of three stages of mixing (120 s, 180 s and 240 s) a test sample composed of 10 primary samples was collected. After the second stage, a test sample after 180 s of mixing was collected. Calculated inhomogeneity of the tested component not loaded with variability of the analytical method was within the range from 2,39% to 4,52% and technical tolerance from 4,78% to 9,04%. According to the regulation (Regulation of EU Commission 2010) acceptable technical toleration T_h for the content of Zn within 1–500 mg kg⁻¹ is 20% - a mixer met legal requirements.

Key words: mixer, quality of mixing, method, technical tolerance

Adres do korespondencji:

Sławomir Walczyński; e-mail: swalczynski@clpp.lublin.pl
Instytut Zootechniki-PIB
Krajowe Laboratorium Pasz
ul. Chmielna 2
20-079 Lublin