

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **238461**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **430880**

(22) Data zgłoszenia: **14.08.2019**

(51) Int.Cl.

G01N 1/10 (2006.01)

G01N 1/20 (2006.01)

G01N 15/02 (2006.01)

(54) **Urządzenie do pozyskiwania reprezentatywnych pod względem rozkładu
granulometrycznego podpróbek materiałów ziarnistych rozproszonych w fazie ciekłej**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
22.02.2021 BUP 04/21

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
23.08.2021 WUP 21/21

(73) Uprawniony z patentu:

**INSTYTUT AGROFIZYKI
IM. BOHDANA DOBRZAŃSKIEGO
POLSKIEJ AKADEMII NAUK, Lublin, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**CEZARY POLAKOWSKI, Suchodoły, PL
RAFAŁ MAZUR, Nowogród, PL
MAGDALENA RYŻAK, Lublin, PL
MICHAŁ BECZEK, Leopoldów, PL
AGATA SOCHAN, Lublin, PL
PIOTR BULAK, Tarnawka Pierwsza, PL
ANDRZEJ BIEGANOWSKI,
Abramowice Prywatne, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Magdalena Tarała

PL 238461 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie umożliwiające uzyskanie reprezentatywnych pod względem rozkładu granulometrycznego podpróbek materiałów ziarnistych rozproszonych w fazie ciekłej. W szczególności dotyczy to podpróbek gleby, osadów lub innych materiałów o szerokim zakresie wielkości ziaren. Podpróbki mogą być uzyskiwane z suchego materiału ziarnistego lub zawiesiny tj. mieszaniny cieczy, np. wody i rozproszonego w niej materiału ziarnistego. Wyodrębnione pod próbki materiału mogą posłużyć do dalszych analiz – np. wielkości cząstek dokonanych m.in. za pomocą metod sedymentacyjnych, dyfrakcji laserowej, mikroskopii itp.

Rozkład granulometryczny materiałów ziarnistych jest obecnie mierzony różnymi metodami. Najczęściej stosowane są metody sitowo-sedymentacyjne oraz metoda dyfrakcji laserowej. Niezależnie jednak, jaka metoda jest stosowana, pierwszym etapem jest pobór próbki do pomiarów oraz odpowiednia jej preparatyka (zwykle wysuszenie do stanu powietrznie suchego oraz przesianie przez sito 2 mm). Drugim etapem jest pobór reprezentatywnej podpróbki. Próbki pobrane w terenie są zwykle dużo większe niż te, które są potrzebne do pomiaru. Np. w metodzie sedymentacyjnej potrzeba 40 g suchej gleby (ISO 11272:2009), a w metodzie dyfrakcji laserowej maksymalnie kilka gramów. Pojawia się problem poboru podpróbki reprezentatywnej pod względem rozkładu granulometrycznego.

Wykorzystywane dotychczas metody nie rozwiązywały tego problemu w sposób zadowalający. Najprostszym sposobem, zalecanym w niektórych podręcznikach (Namieśnik et. al., 1995) jest wysypanie materiału ziarnistego z okrągłego pojemnika na płaską powierzchnię, uformowanie z niego koła o możliwie jednakowej grubości a następnie podział koła na określoną liczbę pól o jednakowej powierzchni (np. podział koła na ćwiartki) lub naprzemienne usypywanie dwóch lub więcej stożków materiału za pomocą np. łopaty. W założeniu, rozkłady granulometryczne materiału zgromadzonego w każdej części są takie same jak w całości próbki. Jednakże realizacja tej procedury dla materiałów zawierających duże ilości frakcji najdrobniejszych powoduje ich utratę, czego najlepszym dowodem jest „kurzenie się” tj. powstawanie aerozolu stałego.

Powszechnie dostępne komercyjnie są aparaty do podziału próbki na podpróbki, których zasada działania opiera się na sypaniu próbki centralnie na pionowo ustawiony stożek lub inne przegrody. Przy założeniu symetryczności stożka i homogeniczności sypanej próbki, na każdą stronę stożka spada taka sama (pod względem rozkładu granulometrycznego) pod próbka, która jest kierowana do odpowiednich pojemników/butelek. W praktyce rozwiązanie to powoduje utratę cząstek fazy najdrobniejszej, w jeszcze większym stopniu niż poprzednio opisane, ponieważ dynamicznie sypana zawiesina w jeszcze większym stopniu przyczynia się do powstawania aerozolu stałego. Możliwe jest, aby przy takiej konstrukcji zamiast sypania suchej próbki zalewać stożek zawiesiną. Jednakże w praktyce uzyskanie jednorodnego rozprowadzenia zawiesiny na wszystkie strony stożka jest prawie niemożliwe.

Komercyjnie dostępne są też rozwiązania, w których sucha próbka dzielonego materiału, lub jej zawiesina sypana jest albo rozlewana jak najbardziej jednolitym strumieniem na obracający się rotor z podwieszonymi pojemnikami/butelkami. Przy założeniu jednorodności badanego materiału oraz stałej prędkości obrotowej rotora następuje podział próbki na reprezentatywne podpróbki. Jednakże to rozwiązanie obarczone jest podobnymi co poprzednie, wadami.

Z publikacji zgłoszeń patentowych US4625570A oraz US3747411A znany jest pobór podpróbki przy przepływie zawiesiny przez rurę z użyciem próbnika wkładanego przez ściankę rury, posiadającego zamykany wlot, po otwarciu którego próbka płynąca w rurze dostaje się do próbnika.

Zgłoszenie patentowe US3942388A ujawnia rozdział próbki polegający na przepuszczaniu próbki zawiesiny grawitacyjnie przez rozdzielnik, składający się ze stożka, umieszczonego w centrum oraz koncentrycznie ułożonych otworów, przez które przepływa część przepuszczanej zawiesiny, a następnie jest odprowadzana na kolejny rozdzielnik lub rurą do naczynia.

Podobne rozwiązanie znane jest z publikacji GB1390799 (A). Zaprezentowano urządzenie do dzielenia płynu na pewną liczbę części wybranych objętości. Urządzenie zawiera przewód wejściowy płynu, który ma być podzielony, wiele przewodów wyjściowych do odbierania części płynu i obudowę, z którą połączone są przewody wejściowe i wyjściowe. Obudowa zawiera komorę rozdzielającą, w której umieszczony jest rozdzielający człon stożkowy, współśrodkowy z przewodem wejściowym i będący na wysokości kanałów odprowadzających do przewodów wyjściowych. Rozdział następuje zatem poprzez rozlew na stożkowym członie.

Z publikacji opisu patentowego PL222925B1 znane jest urządzenie próbobiorcze instalowane wzdłuż osi rurociągu tłocznego służące do pobierania próbek warstwowo ze strugi transportowanej

hydromieszaniny, umożliwiające płynne ustawienie miąższości warstw. Urządzenie posiada cylindryczny korpus, którego średnica jest równa średnicy rurociągu tłocznego i wyposażone jest w rdzeń ze szczeliną dopływową, o prostokątnym przekroju poprzecznym od strony dopływu, z pionowymi ścianami bocznymi, zawierający co najmniej dwie-trzy komory próbobiorcze, rozgraniczone ruchomymi kierownicami i ściankami wewnętrznymi, wyodrębniającymi komory w rdzeniu. Ścianki wewnętrzne i zewnętrzne komór próbobiorczych tworzą lejowate odpływy, wychodzące na zewnątrz korpusu, umożliwiające odbiór strugi reprezentatywnej dla danej warstwy. Obrót kierownicy umożliwia wybór reprezentatywnej warstwy do pobierania próby.

Natomiast w publikacji GB1288513 ujawniono sposób rozdziału strumienia płynu na segmentowe strumienie. Sposób obejmuje przepuszczanie strumienia płynu przez wlot do komory dystrybucji płynu i rozprowadzanie go z komory dystrybucji płynu przez wiele wylotów tak, aby utworzyć strumienie płynu o podobnej konfiguracji. Komora dystrybucji płynu jest cylindryczna. Wlot rozciąga się osiowo względem komory dystrybucji płynu, natomiast wyloty płynu rozciągają się zasadniczo promieniowo względem komory rozprowadzania płynu i są rozmieszczone w równych odstępach kątowych wokół osi komory rozprowadzającej płyn.

Wszystkie konstrukcje oparte o pobór podpróbki z dynamicznie mieszanych zawiesin, mieszałem lub poprzez transport, mogą powodować zafałszowanie zawartości cząstek fazy największej (zwykle frakcji piasku). Błędy te wynikają z sedymentacji cięższych cząstek wchodzących w skład mieszaniny lub niejednorodności roztworu, spowodowanej działaniem siły odśrodkowej powstającej w procesie mieszania. Zasysanie lub spuszczenie części mieszaniny wodno-glebowej z różnych obszarów (wysokości) zbiornika ma na celu zniwelowanie wpływu tych zjawisk. Mimo to praktyka pokazuje, że rozkład wielkości cząstek wchodzących w skład próbek różni się w zależności od miejsca ich poboru (Sochan A., Bieganski A., Ryżak M., Dobrowolski R., Bartmiński P. *Comparison of soil texture determined by two dispersion units of Mastersizer 2000. Int. Agrophys.*, 2012, 26, 99–102). Próba rozwiązania tego problemu była przedmiotem zgłoszenia patentowego PL 422443A1.

Celem niniejszego wynalazku jest rozwiązanie konstrukcji urządzenia zapewniającego pobranie podpróbek zawiesiny, których rozkład granulometryczny jest identyczny jak próbki wyjściowej.

Istota urządzenia do pozyskiwania reprezentatywnych pod względem rozkładu granulometrycznego podpróbek materiałów ziarnistych rozproszonych w fazie ciekłej, posiadającego cylindryczną obudowę z wiekiem **polega na tym**, że cylindryczna obudowa podzielona jest wewnątrz poprzecznie ścianką na dwie komory: górną komorę i dolną komorę, przy czym górna komora przeznaczona jest na ciecz poddawaną procesowi mieszania i rozdziału, a w dolnej komorze znajduje się element dzielący. Element dzielący zbudowany jest z przegród wykonanych z płaskowników rozmieszczonych względem dolnej komory promieniowo i równomiernie. Do przegród od spodu zamocowana jest tarcza oporowa opierająca się o dno dolnej komory, wyposażona w uchwyt. Ścianka posiada wykonane przełotowe rowki odpowiadające rozmieszczeniem, kształtem i rozmiarem przegród. Natomiast w wieku wykonane są zagłębienia również odpowiadające rozmieszczeniem, kształtem i rozmiarem przegród. Wysokość dolnej komory jest równa wysokości przegród pomniejszonej o wysokość ścianki, tak, że po wsunięciu elementu dzielącego do dolnej komory, górne krawędzie przegród znajdujące się w rowkach ścianki tworzą z nią od strony górnej komory gładką płaszczyznę. Wysokość górnej komory jest mniejsza albo równa wysokości przegród. W górnej komorze wykonane są wyloty w liczbie odpowiadającej liczbie wydzielonych przez przegrody przestrzeni.

Korzystnie, wyloty zaopatrzone są w zawory.

Korzystnie, wyloty znajdują się w górnej części górnej komory.

Korzystnie, wieko ma wykonane w środkowej części wybrzuszenie, w kierunku górnej komory.

Urządzenie przeznaczone jest przede wszystkim do zawiesin i może być stosowane niezależnie od zróżnicowania wielkości cząstek fazy stałej w tej zawieszynie.

Górna komora urządzenia przeznaczona na mieszanie pozbawiona jest zagłębień lub wypukłości, które mogłyby zakłócić proces mieszania zawiesiny. Decyduje o tym również konstrukcja urządzenia, w której górne krawędzie przegród znajdujące się w rowkach ścianki tworzą z nią od strony górnej komory gładką płaszczyznę.

Istotnym aspektem wynalazku jest to, że element dzielący przesuwany jest od dołu do góry. Gdyby było odwrotnie, jego ruch do dołu mógłby zostać zablokowany w przypadku, gdyby krawędź przegrody oparła się o cząstkę stanowiącą element mieszaniny. Im większa byłaby ta cząstka, tym większa nieszczelność pomiędzy wydzielanymi przez element dzielący przestrzeniami, i tym większy błąd spowodowany niekontrolowanym mieszaniem się zawiesiny pomiędzy przestrzeniami.

Urządzenie według wynalazku może być wykorzystane z zastosowaniem mieszadła mechanicznego, czyli jednego z powszechnie stosowanych sposobów mieszania, np. o regulowanej liczbie obrotów i z wymiennymi końcówkami o różnym kształcie. Jednakże w przypadku dużej rozpiętości wielkości mierzonych cząstek w zawieszynie (np. ziarna frakcji piasku o średnicy bliskiej 2 mm oraz cząstki fazy ilitu o średnicy mniejsze od 2 μm) uzyskanie w czasie mieszania jednorodności w całej objętości mieszaniny jest praktycznie niemożliwe. Powodem braku jednorodności w pionie jest grawitacyjna szybka sedimentacja ziaren piasku oraz brak sedimentacji cząstek najdrobniejszych (utrzymywanych poprzez elektrostatyczne odpychanie się oraz ruchy Browna). W przypadku najczęściej stosowanych mieszadeł mechanicznych następuje także brak jednorodności w poziomie (ziarna o większej masie są łatwiej wypychane na zewnątrz przez co ich ilość blisko środka jest mniejsza niż przy ściankach komory). Dlatego w przypadku stosowania tego typu mieszadeł podział próbki na podpróbki powinien następować po ustaniu ruchu kołowego mieszaniny.

Po zaprzestaniu mieszania i usunięciu mieszadła, mieszanina jeszcze przez jakiś czas porusza się w komorze. Cząstki, które mogą opaść sedimentują na dnie. Cząstki, które nie opadają zostają zawieszone w objętości zawieszyny. Rozdział próbki należy rozpocząć aż ustanie ruch kołowy zawieszyny, wywołany siłą bezwładności po mieszaniu.

W momencie ustania ruchu zawieszyna nie jest jednorodna. Jednakże ze względu na fakt idealnej symetryczności geometrii komory oraz braku jakichkolwiek nierówności żaden kierunek (uznając za centrum oś komory) nie jest uprzywilejowany. Dlatego też uruchomienie elementu dzielącego, gdy ruch mieszaniny ustanie, dzieli ją na objętości (podpróbki), których rozkłady granulometryczne są takie same, jak mieszaniny wyjściowej. W tym przypadku ruch elementu dzielącego powinien być na tyle powolny, by nie powodować turbulencji i niepotrzebnego już na tym etapie mieszania się zawieszyny.

Urządzenie według wynalazku może być wykorzystane z zastosowaniem mieszania poprzez wytrząsanie. Przy niewielkich rozmiarach urządzenia możliwe jest zastosowanie wytrząsania ręcznego lub z wykorzystaniem wytrząsarki mechanicznej. Zaprzestanie mieszania poprzez wytrząsanie powoduje natychmiastowe uruchomienie procesu sedimentacji, a opadanie cięższych cząstek automatycznie spowoduje heterogeniczność zawieszyny pod względem rozkładu granulometrycznego. Dlatego też uruchomienie ruchu elementu dzielącego, w przypadku zastosowania takiego mieszania, powinno nastąpić w czasie mieszania, a szybkość ruchu elementu dzielącego powinna być jak największa. Zakładając, że na skutek mieszania, żaden kierunek (uznając za centrum oś komory) nie był uprzywilejowany, element dzielący podzieli mieszaninę na objętości (podpróbki), których rozkłady granulometryczne są takie same i zgodne z rozkładem mieszaniny wyjściowej. Urządzenie według niniejszego wynalazku zostało szczegółowo przedstawione w przykładowym wykonaniu na rysunku, na którym Fig. 1 przedstawia urządzenie w przekroju wzdłużnym, Fig. 2 przedstawia przekrój A-A zaznaczony na Fig. 1 przez ściankę dzielącą obudowę na górną i dolną komorę, Fig. 3 przedstawia element dzielący w przekroju wzdłużnym, Fig. 4 przedstawia element dzielący w przekroju poprzecznym B-B zaznaczonym na Fig. 3.

Urządzenie do pozyskiwania reprezentatywnych pod względem rozkładu granulometrycznego podpróbek materiałów ziarnistych rozproszonych w fazie ciekłej, posiada cylindryczną obudowę 1, która podzielona jest wewnątrz poprzecznie ścianką 2 na dwie komory: górną komorę 3 i dolną komorę 4. Górna komora 3 przeznaczona jest na ciecz poddawaną procesowi mieszania i rozdziału. Górna komora 3 pozbawiona jest zagłębień lub wypukłości, które mogłyby zakłócić proces mieszania zawieszyny. W dolnej komorze 4 znajduje się element dzielący 5. Element dzielący 5 zbudowany jest w niniejszym przypadku z sześciu przegród 6 wykonanych z płaskowników rozmieszczonych względem dolnej komory 4 promieniowo i równomiernie. Do przegród 6 od spodu zamocowana jest tarcza oporowa 7 opierająca się o dno 8 dolnej komory 4. Tarcza oporowa 7 wyposażona jest w uchwyt 9. Ścianka 2 posiada wykonane przelotowe rowki 10 odpowiadające rozmieszczeniem, kształtem i rozmiarem przegradom 6. Natomiast w wieku 11, zamykającym górną komorę 3 wykonane są zagłębienia 12, również odpowiadające rozmieszczeniem, kształtem i rozmiarem przegradom 6. Wysokość h_d dolnej komory 4 jest równa wysokości h_p przegród 6 pomniejszonej o wysokość h_s ścianki 2, tak, że po wsunięciu elementu dzielącego 5 do dolnej komory 4, górne krawędzie przegród 6 znajdujące się w rowkach 10 ścianki 2 tworzą z nią od strony górnej komory 3 gładką płaszczyznę, natomiast wysokość h_g górnej komory 3 jest mniejsza albo równa wysokości h_p przegród 6. W górnej komorze 3 wykonanych jest sześć wylotów 13, przewidzianych dla każdej wydzielonej przez przegradę 6 przestrzeni. Wyloty 13 zaopatrzone są w zawory 14 i znajdują się w górnej części górnej komory 3. Wieko 11 ma wykonane w środkowej części wybrzuszenie 15, w kierunku górnej komory 3.

Sposób mieszania, nie będący elementem niniejszego wynalazku, powinien zapewnić uzyskanie jak najbardziej jednnorodnej mieszaniny w całej objętości górnej komory. Mieszanie należy przeprowadzić gdy element dzielący 5 jest maksymalnie opuszczony do dołu. Wówczas tarcza oporowa 7 opiera się o dno 8 dolnej komory 4, a górne krawędzie przegród 6 w rowkach 10 nie wystają ponad płaszczyznę ścianki 2 w górnej komorze 3.

W odpowiednim momencie, zależnym od zastosowanego sposobu mieszania, zostaje uruchomiony element dzielący 5 w kierunku do góry.

Element dzielący 5 przesuwany jest do góry aż do momentu gdy tarcza oporowa 7 zatrzyma się na ścianie 2. W tym momencie górne krawędzie przegród 6 elementu dzielącego 5 zostaną wsunięte w zagłębienia 12 znajdujące się w wieku 11 obudowy 1. Dzięki temu cała przestrzeń górnej komory 3 wraz ze znajdującą się w niej mieszaniną zostanie podzielona na szczelnie zamknięte części – tyle części na ile wydzieli przegrodami 6 element dzielący 5, w tym przypadku na sześć części. Ponieważ, zakładając skuteczne mieszanie, żaden z kierunków w odniesieniu do geometrycznego środka górnej komory nie był uprzywilejowany, można przyjąć, że rozkłady granulometryczne podpróbek zawiesiny w poszczególnych przestrzeniach są takie same i jednocześnie takie same jak zawiesiny wyjściowej. Podpróbki otrzymuje się ostatecznie z górnej komory 3 poprzez obrót urządzenia o 180°. Wyloty 13 z górnej komory 3 znajdują się w jej górnej części i zaopatrzone są w zawory 14 zamykające, co pozwala na ilościowe usunięcie podpróbki zawiesiny z poszczególnych przestrzeni. Dodatkowo, wyrzucenie 15 w wieku 11, w kierunku górnej komory 3, ułatwia całkowity odpływ płynu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Urządzenie do pozyskiwania reprezentatywnych pod względem rozkładu granulometrycznego podpróbek materiałów ziarnistych rozproszonych w fazie ciekłej, posiadające cylindryczną obudowę z wiekiem, **znamiennie tym**, że cylindryczna obudowa (1) podzielona jest wewnątrz poprzecznie ścianką (2) na dwie komory: górną komorę (3) i dolną komorę (4), przy czym górna komora (3) przeznaczona jest na ciecz poddawaną procesowi mieszania i rozdziału, a w dolnej komorze (4) znajduje się element dzielący (5), który zbudowany jest z przegród (6) wykonanych z płaskowników rozmieszczonych względem dolnej komory (4) promieniowo i równomiernie, do których od spodu zamocowana jest tarcza oporowa (7) opierająca się o dno (8) dolnej komory (4), wyposażona w uchwyt (9), natomiast ścianka (2) posiada wykonane przelotowe rowki (10) odpowiadające rozmieszczeniem, kształtem i rozmiarem przegrodom (6) i ponadto w wieku (11) wykonane są zagłębienia (12) również odpowiadające rozmieszczeniem, kształtem i rozmiarem przegrodom (6) i dodatkowo wysokość (hd) dolnej komory (4) jest równa wysokości (hp) przegród (6) pomniejszonej o wysokość (hs) ścianki (2), tak, że po wsunięciu przegród (6) elementu dzielącego (5) do dolnej komory (4), górne krawędzie przegród (6) znajdujące się w rowkach (10) ścianki (2) tworzą z nią od strony górnej komory (3) gładką płaszczyznę, natomiast wysokość (hg) górnej komory (3) jest mniejsza albo równa wysokości (hp) przegród (6) i ponadto w górnej komorze (3) wykonane są wyloty (13) w liczbie odpowiadającej liczbie wydzielonych przez przegrody (6) przestrzeni.
2. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że wyloty (13) zaopatrzone są w zawory (14).
3. Urządzenie według zastrz. 1 albo 2, **znamiennie tym**, że wyloty (13) znajdują się w górnej części górnej komory (3).
4. Urządzenie według któregośkolwiek z poprzednich zastrz., **znamiennie tym**, że wieko (11) ma w środkowej części wykonane wyrzucenie (15), w kierunku górnej komory (3).

Rysunki

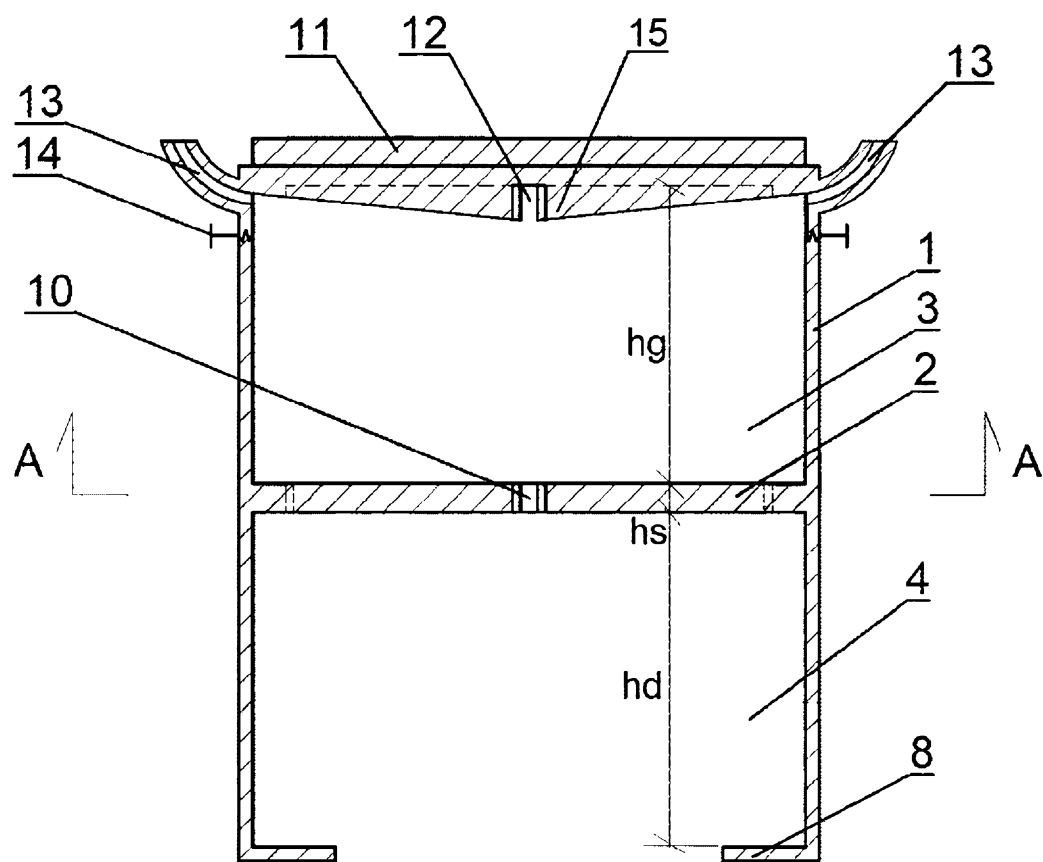


Fig.1

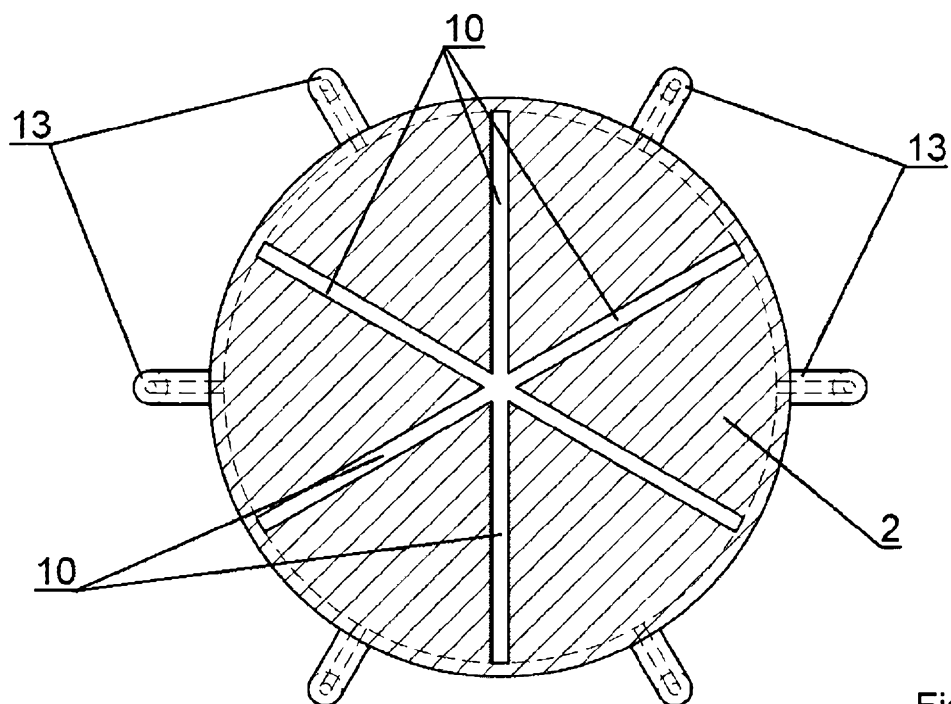


Fig.2

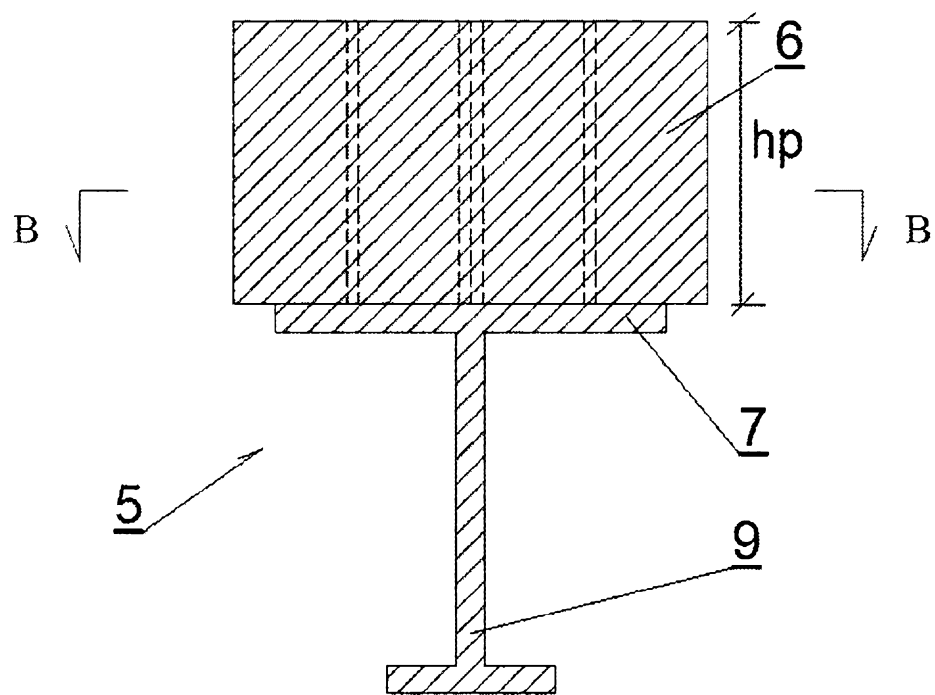


Fig.3

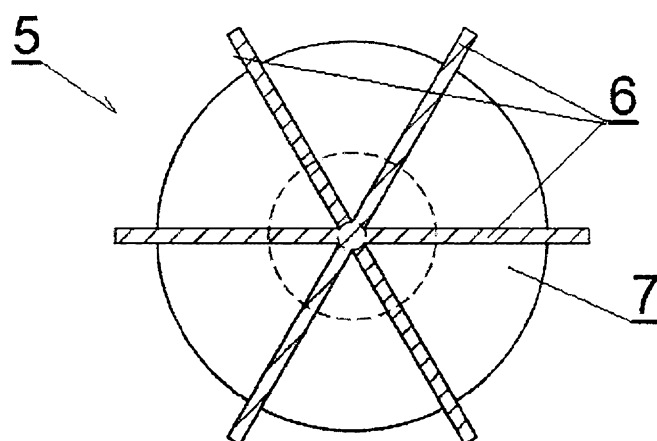


Fig.4