

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-72 <hr/> 0813-03
	Surowce wtórne metali nieżelaznych Pobieranie i przygotowanie próbek odpadów metalurgicznych	
	Grupa katalogowa 0359	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są sposoby pobierania i przygotowania próbek z odpadów metalurgicznych metali nieżelaznych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować przy pobieraniu i przygotowaniu próbek z odpadów metalurgicznych metali nieżelaznych, ujętych w normie arkuszowej PN-76/H-15716. Norma znajduje zastosowanie również do pobierania i przygotowania próbek odpadów metalurgicznych nie objętych normą arkuszową PN-76/H-15716, pozostających w obrocie wewnątrz-zakładowym.

1.3. Określenia

1.3.1. Próbką pierwotna — ilość odpadu pobrana z jednego miejsca partii.

1.3.2. Próbką ogólna — część partii odpadu złożona ze wszystkich próbek pierwotnych.

1.3.3. Średnia próbka laboratoryjna — próbka przygotowana z próbki ogólnej, reprezentująca właściwości partii odpadu.

1.4. Normy związane

PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-76/H-15716/00 Surowce wtórne metali nieżelaznych. Odpady metalurgiczne

BN-65/0802-02 Surowce metali nieżelaznych. Narzędzia i urządzenia do pobierania i przygotowania próbek

BN-68/0803-09 Analiza chemiczna odpadów metalurgicznych metali nieżelaznych

BN-75/0813-04 Surowce wtórne metali nieżelaznych. Wióry sypkie. Pobieranie i przygotowywanie próbek oraz metody badań

2. NARZĘDZIA I URZĄDZENIA DO POBIERANIA I PRZYGOTOWANIA PRÓBEK

2.1. Narzędzia do pobierania próbek

a) Zgłębnik rurowy szczelinowy, zamykany współśrodkowo wg BN-65/0802-02 rys. 1.

b) Zgłębnik rurowy szczelinowy nie zamykany wg BN-65/0802-02 rys. 2.

c) Zgłębnik świdrowy wg BN-65/0802-02 rys. 3.

d) Zgłębnik nr 4 wg PN-74/C-60008.

e) Łopata wg BN-65/0802-02 rys. 4.

f) Łopaka wg BN-65/0802-02 rys. 5.

g) Młotek z obuchem stalowym i drewnianym o kształcie i wymiarach dowolnych.

h) Piła do cięcia metalu.

i) Wiadro z przykrywą lub pojemnik z pokrywą i dwoma uchwytyami o pojemności 30 ÷ 50 kg.

2.2. Narzędzia i urządzenia do przygotowania próbek laboratoryjnych

a) Waga dziesiętna z kompletem odważników.

b) Waga techniczna z kompletem odważników.

c) Suszarka elektryczna z automatyczną regulacją temperatury.

d) Suszarka parowa.

e) Piec tyglowy do topienia części metalicznych.

f) Kruszarka.

g) Młyn młotkowy lub kulowy z kulami o średnicy 3 ÷ 3,5 cm.

h) Ucierak mechaniczny z pokrywą i misą stalową.

i) Moździerz stalowy z tłuczkiem do ręcznego rozdrabniania.

j) Łażnia piaskowa.

k) Parownica porcelanowa.

l) Płyta grzewcza.

m) Nożyce do przecinania metalu.

n) Ubijak stalowy o wymiarach i kształcie wg BN-65/0802-02 rys. 16.

o) Płyta ze stali manganowej wg BN-65/0802-02 rys. 17.

Zjednoczenie Górniczo-Hutnicze Metali Nieżelaznych „Metale”

Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych „Metale” dnia 25 lutego 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 stycznia 1973 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 3/1972 poz 4.)

- p) Krzyżak metalowy lub drewniany z uchwytem.
- r) Folia metalowa, plastikowa lub gumowa.
- s) Zestaw sit okrągłych i pojedyncze sita kwadratowe.
- t) Tace blaszane.
- u) Naczynia emaliowane lub nierdzewne do suszenia próbek.
- w) Wlewniczki do odlania metalu.
- z) Naczynia nie korodujące z uchwytem i szczelnym zamknięciem o kształcie i wymiarach wg rysunku BN-65/0802-02.
- ż) Łyżki, łyżeczki, szczypce stalowe, magnesy, torebki, słoiki szklane, etykiety papierowe, koperty z folii.

3. OGÓLNE WYTYCZNE POBIERANIA I PRZYGOTOWANIA PRÓBEK

3.1. Kwalifikacje osób pobierających i przygotowujących próbki. Próbki powinny być pobierane i przygotowane przez osoby o odpowiednich kwalifikacjach zawodowych zapewniających:

- a) zrozumienie celu i znaczenia badania odpadów dla dostawcy, odbiorcy i gospodarki społecznej,
- b) znajomość normy przedmiotowej na odpady metalurgiczne, norm związanych z pobieraniem i przygotowaniem próbek odpadów.
- c) sprawne i zgodne z normą przeprowadzenie pobierania i przygotowania próbki laboratoryjnej z odpadów metalurgicznych,
- d) uczciwe, obiektywne i pozbawione tendencyjności wykonanie obowiązków, związanych z pobieraniem i przygotowaniem próbek.

Dopuszcza się współudział pomocniczego personelu niekwalifikowanego.

3.2. Warunki pobierania i przygotowania próbek

3.2.1. Masa partii dla pobierania próbek z odpadów metalurgicznych kategorii C, D, E, F, H, K nie może być mniejsza od 500 kg, a kategorii G, L, J mniejsza od 1000 kg.

3.2.2. Warunki pobierania próbek pierwotnych. Próbki pierwotne należy pobierać możliwie szybko po zważeniu partii odpadu. Skład ziarnowy próbki ogólnej powinien odpowiadać średniemu składowi ziarnowemu opróbowanej partii odpadów. W przypadku gdy metal w partii jest widoczny, procentowy udział jego w próbce ogólnej powinien być zbliżony od procentowego udziału tego metalu w partii. Zanieczyszczenia przypadkowe znajdujące się w próbce ogólnej należy odrzucić. Nie należy pobierać próbek w przypadku, gdy partia stanowi mieszaninę klas odpadów różnych kategorii.

3.2.3. Warunki przygotowania średnich próbek laboratoryjnych. Próbki laboratoryjne powinny być przygotowane możliwie szybko po pobraniu próbki ogólnej. W przypadku gdy to jest niemożliwe, należy próbkę ogólną przechowywać w warunkach zabezpieczających przed zmianą składu próbki.

Próbki laboratoryjne do oznaczania wilgotności należy przetranszować i przechowywać przed suszeniem w szczelnie zamkniętych naczyniach.

Pomieszczenie do przygotowania próbek powinno być zamknięte i zadaszone.

3.2.4. Przygotowanie przyrządów i sprzętu do pobierania i przygotowania próbek. Narzędzia, naczynia i urządzenia do pobierania i przygotowania próbek powinny być przygotowane przez staranne oczyszczenie wszystkich ich powierzchni, z którymi styka się materiał próbki. Do czyszczenia części urządzeń niedostępnych bezpośrednio zaleca się używanie szczotek względnie strumienia sprężonego powietrza.

Powierzchnia, na której przeprowadza się ręczne rozdrabnianie, mieszanie i pomniejszanie próbki powinna być wyłożona np. płytkami żeliwnymi lub blachą, czysta i łatwo dająca się oczyścić z jej resztek.

3.2.5. Dokładność ważenia. Próbki należy ważyć z dokładnością:

do 100 g	—	0,1 g
powyżej 100 g do 500 g	—	0,5 g
powyżej 500 g do 1 kg	—	1,0 g
powyżej 1 kg do 10 kg	—	10,0 g
powyżej 10 kg do 50 kg	—	100,0 g

3.3. Niejednorodność partii pod względem wymiaru ziaren lub kawałków. Ze względu na zakres wymiarów ziaren lub kawałków rozróżnia się następujące rodzaje odpadów metalurgicznych:

- a) drobnoziarniste — o granicznych wymiarach ziaren do 3 mm,
- b) gruboziarniste — o granicznych wymiarach ziaren do 10 mm,
- c) drobnokawałkowe — o granicznych wymiarach kawałków do 50 mm,
- d) grubokawałkowe — o granicznych wymiarach kawałków 50 mm i powyżej 50 mm.

3.4. Masa próbki ogólnej dla poszczególnych postaci odpadów, podana w rozdz. 5, ustalona jest w zależności od niejednorodności pod względem wymiarów ziaren lub kawałków oraz masy partii, przy uwzględnieniu wyposażenia dostawców i odbiorców w urządzenia mechaniczne do przygotowania próbek, opłacalności ekonomicznej i warunków kadrowych.

3.5. Oględziny wstępne partii. W pierwszej kolejności należy sprawdzić sposób załadowania odpadu, przeprowadzić wzrokową ocenę odpadu w partii, sprawdzić czy partia nie stanowi mieszaniny klas odpadów różnych kategorii, czy zanieczyszczenia przypadkowe obcego pochodzenia w postaci np. cegieł, szmat, kawałków drewna, żelaza nie znajdują się w ilościach, które należałoby szacunkowo określić i odjąć od ogólnej masy partii, sprawdzić ewentualne inne właściwości charakterystyczne dla danego odpadu, mające wpływ na sposób pobierania lub przygotowania próbek. Następnie oszacować wymiary największych

ziaren lub kawałków, przeprowadzić ocenę niejednorodności pod względem wymiarów ziaren lub kawałków wg 3.3, sprawdzić obecność widocznych części metalicznych, jeżeli zachodzi potrzeba i istnieje taka możliwość, ustalić miejsce oraz sposób pobierania próbek.

Przy odpadach grubokawałkowych w razie stwierdzenia obecności metalu, konieczne jest oszacowanie jego udziału w partii, a przy odpadach grubokawałkowych składających się z drobnych ziaren i kawałków oraz brył — szacunkowe określenie udziału zasadniczych klas ziarnowych.

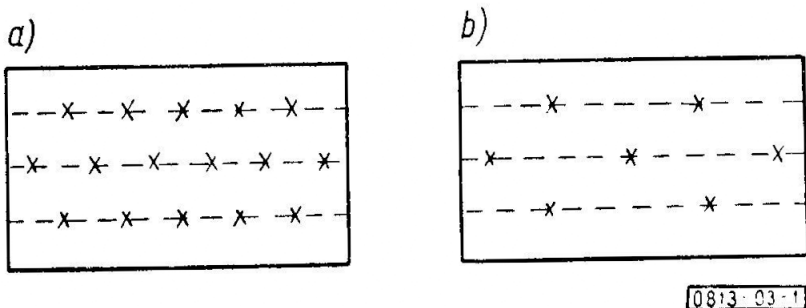
3.6. Miejsce pobierania próbek ustala się w zależności od niejednorodności pod względem wymiarów ziaren lub kawałków:

- z odpadów grubokawałkowych — na składowiskach, przed załadowaniem lub po wyładowaniu,
- z odpadów drobno i gruboziarnistych oraz drobno-kawałkowych — ze środka transportu albo opakowania, w czasie załadowania lub wyładowania.

3.7. Sposoby pobierania próbek pierwotnych i przygotowania próbki ogólnej

3.7.1. Pobieranie próbek z wagonu lub innego środka transportowego. Sposób pobierania próbek zależy od sposobu załadowania odpadu w wagonie lub innym środku transportowym.

a) W przypadku gdy odpad rozłożony jest w jednakowej warstwie obowiązuje zasada równomiernego rozmieszczenia miejsc pobierania próbek pierwotnych na jej powierzchni, w wagonie wg schematu podanego na rys. 1a, w samochodzie wg schematu podanego na rys. 1b



0813-03-1

Rys. 1

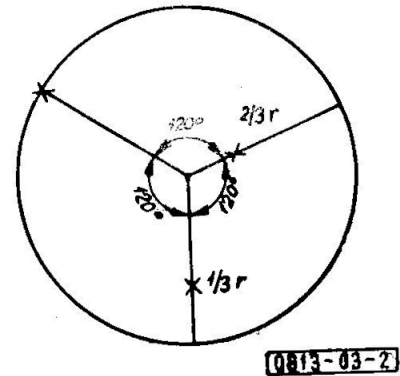
Z odpadów drobno i gruboziarnistych próbki należy pobierać przy użyciu zgłębników o wymiarach podanych w BN-65/0802-02 rys. 1 i 2 z całej grubości warstwy znajdującej się w wagonie lub samochodzie.

W przypadku gdy zgłębnik nie dochodzi do dna środka transportowego można go wbić młotkiem drewnianym. Poza tym należy przestrzegać zasady, aby całą zawartość zgłębnika zsypać do próbki ogólnej.

b) W razie niemożności dostania się zgłębnikiem do dna i przy pobieraniu próbek z odpadów drobno-kawałkowych należy wykopać w miejscach podanych na rys. 1 wgłębienia o głębokości 400 cm, przy czym ze ścian wgłębienia pobrać próbki łopatą o wymiarach podanych w BN-65/0802-02 rys. 4 od dołu ku górze wzdłuż linii prostej. Masa próbki pierwotnej uzależniona jest od ustalonej masy

próbki ogólnej. Materiał próbki nie powinien zsypać się z powrotem z łopatki do wgłębienia.

c) W przypadku gdy odpad ułożony jest w postaci stożków i niemożliwe jest ich wyrównanie do warstwy o jednej grubości, należy pobrać 3 próbki pierwotne z każdego stożka w miejscach położonych, u podstawy stożka, na $1/3$ i $2/3$ wysokości stożka wg schematu podanego na rys. 2 w ten sam sposób jak z warstwy o jednakowej grubości, wg 3.7.1 a) lub 3.7.1 b).



0813-03-2

Rys. 2

3.7.2. Pobieranie próbek w czasie załadowania lub wyładowania. W czasie załadowania lub wyładowania przebiegającego w równomiernym tempie, należy pobierać próbki łopatą w równych wielkościach i zbliżonych odstępach czasu. Przy załadunku i wyładunku przebiegającego w nierównomiernym tempie, należy pobierać próbki pierwotne w odstępach czasu proporcjonalnych do tempa przepływu produktu. Odstęp czasu pomiędzy pobieraniem dwóch próbek pierwotnych zależy od ustalonej wielkości próbki ogólnej. Sposób pobierania próbek w czasie załadowania i wyładowania powinien zapewnić możliwość pobierania ich wzdłuż szerokości warstwy zalegającej w środku transportowym. Próbki należy pobierać, zgarniając łopatą materiał ze środka transportowego lub odkładając zawartość łopaty w czasie za lub wyładowania.

3.7.3. Pobieranie próbek przed załadowaniem lub po wyładowaniu. Z odpadów grubokawałkowych składających się z drobnych ziaren i kawałków oraz brył, w tym również metalu, należy szacunkowo określić udział widocznego metalu oraz zasadniczych klas ziarnowych i pobierać z nich oddzielne próbki w ilościach proporcjonalnych do składu ziarnowego i udziału metalu w partii, wsypując je do różnych naczyń, w celu możliwości wzrokowego określenia ich ilości. Przy pobieraniu próbek pierwotnych z kawałków o wymiarach powyżej 50 mm i brył, należy odbijać młotkiem mniejsze części poniżej 50 mm, proporcjonalnie z ich zewnętrznymi warstwami i środkiem, dołączając je do próbki ogólnej, jak również odpadające w czasie odbijania części tlenkowe albo inne niemetaliczne. W przypadku gdy bryłę stanowi metal powierzchniowo zanieczyszczony, z którego nie można odbić kawałków młotkiem, należy odciąć je piłą do metalu.

3.7.4. Pobieranie próbek z odpadów w opakowaniach zależy od rodzaju opakowania.

a) Próbkę pierwotną z beczek, bębnow i worków należy pobierać zgłębnikiem o wymiarach podanych wg PN-65/0802-02 rys. 1 lub 2, zanurzając go do dna pod kątem około 45° . W przypadku gdy odpad ma konsystencję ciastowatą o dużej zawartości wilgoci, znacznej lepkości, próbkę należy pobierać zgłębnikiem nr 4 wg PN-74/C-60008 lub wg BN-65/0802-02 rys. 4. Zgłębnik powinien być wypełniony równomiernie wszystkimi warstwami odpadu zawartego w opakowaniu. W przypadku odsiewów metalicznych próbkę pobiera się łopatką.

b) Z innych opakowań, skrzyń, pojemników gdzie pobieranie próbek zgłębnikiem jest niemożliwe ze względu na grubość warstwy lub zakres wielkości ziaren, należy wykopać kilka studzienek do dna, równomiernie rozłożonych na powierzchni odpadu zalegającego w opakowaniu. Próbkę pobiera się z co trzeciego opakowania, a z każdego w przypadku, gdy partia składa się z trzech i mniejszej liczby opakowań.

3.7.5. Przygotowanie próbki ogólnej. Pobrane próbki pierwotne z jednej partii zsypuje się do wiader lub specjalnych pojemników z pokrywą, uzyskując w ten sposób próbkę ogólną. Każde wiadro lub pojemnik z próbką zaopatruje się w etykietę zawierającą następujące dane:

- nazwę dostawcy i odbiorcy,
- awizowaną klasę odpadu i jej cechę,
- numer specyfikacji albo atestu,
- masę partii,
- datę i miejsce pobierania próbki,
- nazwiska pobierających próbkę.

Etykietę wkłada się do wnętrza wiadra lub pojemnika zawierającego próbkę, przy czym zaleca się umieścić ją w kopercie z tworzywa sztucznego.

3.8. Wytyczne przygotowania średnich próbek laboratoryjnych

3.8.1. Rozdrabnianie. Stadia rozdrabniania zależne są od wielkości ziaren lub kawałków i masy próbki ogólnej. Rozdrabnianie ma na celu wydzielenie części metalicznych, jeżeli znajdują się w próbce ogólnej i przygotowanie odpadu do mieszania i pomniejszania.

W przypadku gdy w próbce ogólnej znajdują się większe części metaliczne, należy je wybrać przed rozdrabnianiem i oczyścić od powierzchniowych zanieczyszczeń niemetalicznych metalową szczotką, a zanieczyszczenia niemetaliczne pozostawić w próbce ogólnej.

Masę próbki, w każdym stadium rozdrabniania w przypadku wyodrębnienia części metali waży się, podobnie jak masę metalu. Przed ważeniem części metalicznych należy usunąć zanieczyszczenia mechaniczne żelaza za pomocą magnesu.

Rozdrabnianie powinno być, jeżeli jest to tylko możliwe, przeprowadzone mechanicznie za pomocą urządzeń dostosowanych do odpadów metalurgicznych, zabezpieczających także przed stratami najdrobniejszych ziaren. Do tych celów nadają się kruszarki, młyny młotkowe, młyny kulowe;

ucieraki mechaniczne. Przy ręcznym rozdrabnianiu, należy zwrócić szczególną uwagę na nie rozpryskiwanie się ziaren lub kawałków. W tym celu należy je rozdrabniać za pomocą ubijaka na płycie stalowej z obrzeżami.

Po każdorazowym rozdrabnianiu należy całość próbki przesiewać przez sito kontrolne. Jeżeli w odsiewie znajdują się jeszcze ziarna niemetaliczne, należy je rozdrobnić i przesiać ponownie. W przypadku gdy w odsiewie pozostają tylko części metaliczne ponowne rozdrabnianie nie jest potrzebne.

3.8.2. Mieszanie. Mieszanie materiału próbki ma za zadanie ujednorodnienie jej przed pomniejszaniem. Mieszanie dokonywać należy:

a) Metodą stożka przez:

— usypanie z próbki stożka, przy czym w czasie tego należy przestrzegać zasady nasypywania próbki na wierzchołek stożka centrycznie, stale w to samo miejsce, aby nie powodować nierównomiernego rozłożenia grubszych i drobniejszych ziaren,

— rozplaszczanie stożka za pomocą prostokątnej blachy lub deski, obracając ją wokół osi stożka lub przy mniejszym stożku i drobniejszym ziarnie próbki przez nacisk łopatką lub innym urządzeniem o płaskiej powierzchni, wykonaną z materiału nie zatrzymującego ziaren próbki,

— pobranie łopatką lub łyżką odpadu kolejno z dwóch przeciwległych miejsc po obwodzie rozplaszczanego stożka i powtórne usypywanie stożka.

Czynności usypywania stożka należy powtórzyć 3—4 razy. W przypadku próbki ogólnej o dużej masie i przewidywanego jej pomniejszenia metodą stożka i kwartowania, ostatni stożek należy usypać na krzyżaku.

b) Przy pomniejszonych próbkach do 1 kg o zakresie wymiarów ziaren do 1 mm przez nasypywanie ich na arkusz z folii gumowej, metalowej lub plastikowej i mieszanie na przemian dwoma przeciwległymi rogami arkusza folii.

3.8.3. Pomniejszanie. Pomniejszanie próbki ma ostatecznie na celu wydzielenie z próbki części jej materiału przeznaczonego na średnie próbki laboratoryjne.

Pomniejszanie może być przeprowadzone:

a) **Metodą porcji.** Ujednorodnioną próbkę wg 3.8.2 a) lub 3.8.2 b) należy rozłożyć warstwą równej grubości w formie prostokąta lub koła. Grubość warstwy zależy od wymiaru największych ziaren próbki i podana jest w tabl. 1.

Tablica 1

Wymiar największych ziaren mm	Zakres grubości warstwy mm
10	35 ÷ 55
5	25 ÷ 35
2	15 ÷ 25
1	10 ÷ 20
0,5 i poniżej	5 ÷ 10

W przypadku rozłożenia próbki w formie prostokąta, prostokąt dzieli się na równe części 5 liniami równoległe do jego krótszych boków i 4 liniami równoległe do dłuższych, otrzymując w ten sposób 30 w przybliżeniu równych pól. Z każdego pola należy pobierać łopatką lub łyżką odpowiedniej wielkości porcję tak wielką, aby w sumie otrzymać próbkę o pożądanej masie. Jeśli próbka rozłożona została w formie koła należy pobierać również 30 porcji równomiernie rozłożonych na jego powierzchni. Przy pobieraniu porcji łopatką lub łyżką należy je wprowadzić aż do dna warstwy, aby porcja została pobrana z całej jej grubości. Przy próbkach o mniejszej masie zmniejsza się ilość pól, a porcje należy pobierać łyżeczką. W przypadku konieczności otrzymania dwu lub trzech próbek pomniejszych powtarza się dwa lub trzy razy jedynie czynności pobierania porcji.

b) **Metoda stożka i kwartowania.** Rozpłaszczony stożek w sposób podany w 3.8.2 a), należy podzielić na cztery równe części 2 liniami krzyżującymi się pod kątem prostym w jego środku lub przy pomocy krzyżaka z blachy albo drewna. Dwie przeciwległe części wybrane losowo pozostają jako próbka pomniejszona do połowy. Podobnie postępuje się również, jeśli ostatni stożek przy mieszaniu usypywany został na krzyżaku, jak podano w 3.8.2 a). Stożek spłaszcza się do wysokości krzyżaka i dwie przeciwległe części odrzuca, a pozostałe stanowią próbkę pomniejszoną. Opisane czynności należy powtórzyć odpowiednią ilość razy zależną od zamierzonego stopnia pomniejszania próbki przez ponowne usypywanie stożka, rozpłaszczanie i kwartowanie.

Można jako ostatnie stadium pomniejszania zastosować metodę porcji, pobierając porcje z ostatniego rozpłaszczonego stożka wg 3.8.3 a).

c) **Metoda dzielenia na równe części.** W przypadku konieczności przygotowania dwu lub trzech próbek z próbki o małej masie należy po rozpłaszczeniu jej w formie koła podzielić na dwie lub trzy jednakowe części.

3.8.4. Suszenie i przygotowanie próbek do oznaczenia wilgotności. Suszenie przeprowadzane w czasie procesu przygotowania próbek laboratoryjnych ma na celu zapewnienie swobodnego i bez strat wykonania czynności, a w szczególności łatwego przeprowadzenia próbek przez urządzenia do rozdrabniania. Probki o masie 500 g lub 1000 g do oznaczania wilgotności, jeżeli w rozdz. 5 nie podano inaczej, należy przygotować w jednym z pierwszych stadiów przygotowania próbek laboratoryjnych, przeznaczonych do oceny jakości odpadów zgodnie z PN-76/H-15716/00. Wielkość ziaren w próbce do oznaczania wilgotności nie powinna przekraczać 10 mm.

3.8.5. Przygotowanie próbek laboratoryjnych z drobnych części metalicznych wydzielonych z próbki ogólnej, bez ich topienia. Z odsiewów metalu o małych wymiarach ziaren, wydzielonych w poszczególnych stadiach rozdrabniania próbki ogólnej, należy przygotować oddzielne próbki laboratoryjne. Sposób przygotowania tych próbek

zależy jest od niejednorodności ziaren metali i masy odsiewu.

a) Z odsiewu metalu drobnego o różnych wymiarach ziaren do 3 mm, należy przygotować dwie lub trzy próbki po jego wymieszaniu metodą stożka wg 3.8.2 a) i pomniejszeniu metodą porcji wg 3.8.3 a), przestrzegając zasady, aby skład ziarnowy próbek odpowiadał składowi ziarnowemu odsiewu.

b) Z odsiewu metalu drobnego o wymiarach ziaren do 1 mm, próbki należy przygotować przez mieszanie odsiewu na folii wg. 3.8.2. b) i pobieranie metodą porcji wg 3.8.3 a) dwóch lub trzech próbek.

c) W przypadku gdy masa odsiewu jest mała, otrzymany odsiew należy podzielić na dwie lub trzy części wg 3.8.3 c). Dopuszcza się przygotowanie próbek laboratoryjnych bezpośrednio z części metalicznych o większych wymiarach ziaren lub z większych kawałków metalu, jeżeli jest on jednorodny w zakresie składu chemicznego.

3.8.6. Topienie części metalicznych i oznaczanie uzysku metalu

3.8.6.1. Przygotowanie próbki do topienia z ziaren i kawałków niejednorodnego metalu. Odsiewy metalu posiadające ziarna o wymiarach powyżej 1,02 mm do 10 mm i kawałki metalu o wymiarach powyżej 10 mm, wydzielone z próbki ogólnej, niejednorodne w zakresie ich składu chemicznego, wymagają topienia celem możliwości właściwego przygotowania średnich próbek laboratoryjnych. Masa części metalicznych przeznaczonych do topienia powinna wynosić około 2 kg. W razie niemożności dotrzymania tego warunku dopuszcza się topienie ich o masie min 500 g. Skład ziarnowy przygotowanej próbki do topienia powinien odpowiadać składowi ziarnowemu metalu wydzielonego z próbki ogólnej.

Masy próbek wydzielonych odsiewów metalu przeznaczonych do topienia zależne są od liczby tych odsiewów i procentowego ich udziału w próbce ogólnej.

a) W przypadku gdy jeden odsiew z sita o wymiarach oczek 10 mm wymaga topienia, przygotowuje się z tego odsiewu próbkę o masie około 2 kg.

b) Jeśli zachodzi potrzeba przygotowania próbek do topienia odsiewu z dwóch sit o wymiarach oczek 10 mm i 1,02 mm należy odważyć z nich próbkę o łącznej masie około 2 kg. Masy próbek z poszczególnych odsiewów obliczyć w gramach wg wzorów:

$$M_1 = \frac{M \cdot M_I}{M_I + M_{II}} \quad (1)$$

$$M_2 = \frac{M \cdot M_{II}}{M_I + M_{II}} \quad (2)$$

w których:

M_1 — masa metalu o wymiarach kawałków powyżej 10 mm, g,

M_2 — masa metalu o wymiarach ziaren powyżej 1,02 mm i poniżej 10 mm, g,

M — masa próbki do topienia, g,

M_I — udział metalu M_1 w próbce ogólnej, %,

M_{II} — udział metalu M_2 w próbce ogólnej, %.

3.8.6.2. Przygotowanie próbki do topienia i oznaczania uzysku metalu. W celu oznaczania uzysku metalu przygotowuje się próbkę składającą się ze wszystkich odsiewów metalu wydzielonego z próbki ogólnej o łącznej masie około 2 kg.

Próbki z odsiewów składających się z różnej wielkości kawałków metalu do 10 mm i powyżej 10 mm, należy przygotować o składzie ziarnowym, odpowiadającym składowi ziarnowemu danego odsiewu.

Próbki z odsiewu metalu drobnego o wymiarach ziaren do 3 mm należy przygotować wg 3.8.5 a), a z metalu o wymiarach ziaren do 1 mm wg 3.8.5 b).

Masy próbek z poszczególnych odsiewów zależne są od ich procentowego udziału w próbce ogólnej. Masę metalu z odsiewów sita o wymiarach oczek 10 mm i 1,02 mm obliczyć wg 3.8.6.1, wzory (1) i (2), a masę części metalicznych z odsiewu sita o wymiarach oczek 0,43 mm wg wzoru

$$M_3 = \frac{M \cdot M_{III}}{M_I + M_{II} + M_{III}}$$

w którym:

M_3 — masa metalu o wymiarach ziaren powyżej 0,43 mm i poniżej 1,02 mm, g,

M_{III} — udział metalu M_3 w próbce ogólnej, %,

M_I , M_{II} i M — wg 3.8.6.1.

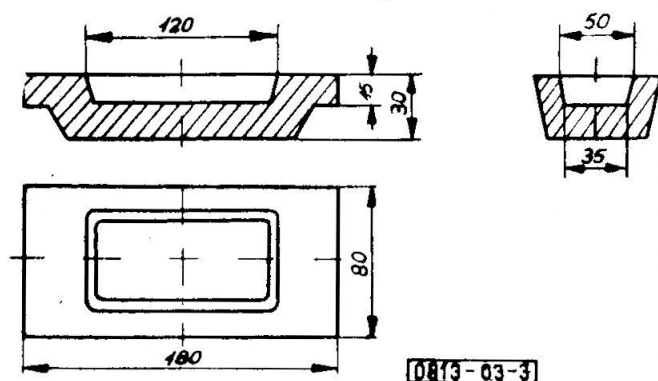
3.8.6.3. Warunki topienia części metalicznych. Próbki przygotowane wg 3.8.6.1 lub 3.8.6.2 należy topić w piecu tyglowym w warunkach podanych w tabl. 2. W czasie topienia części metalicznych wszystkich odpadów z wyjątkiem odpadów aluminium i jego stopów, nie należy mieszać zawartości tygla. Przy topieniu części metalicznych z odpadów aluminium i jego stopów zawartość tygla powinna być stale mieszana.

3.8.6.4. Odlewanie metalu i oznaczanie uzysku metali

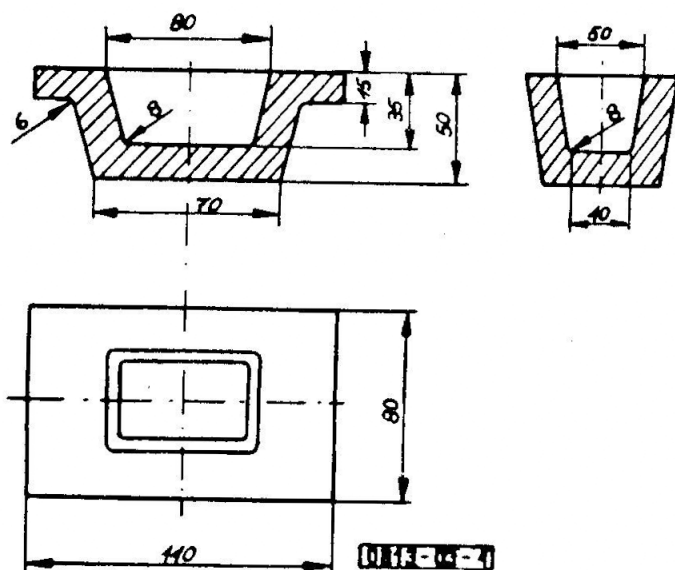
a) **Odlewanie metalu.** Po usunięciu z kąpieli żużła względnie z-garu, metal wymieszać pręcikiem grafitowym i pozostawić w tyglu do odstania na kilka minut. Metal z tygla pochodzący z odpadów kategorii F i G należy odlać do ogrzanej żeliwnej wlewniczki o kształcie i wymiarach podanych na rys. 3, a metal wydzielony z odpadów pozostałych kategorii do wlewniczki o wymiarach i kształcie podanym na rys. 4.

Tablica 2

Kategoria odpadu	Rodzaj tygla	Pokrycie kąpieli lub topnik		Temperatura odlewania, °C
		rodzaj	% w stosunku do masy próbki	
C — miedzi	grafitowy lub szamotowy	węgiel drzewny	5	1150 ÷ 1200
D — mosiądzu		kriolit	10	1050 ÷ 1150
E — brązu		węgiel drzewny	5	około 1050
F — cyny, cynowych stopów łożyskowych	żeliwny	boraks 40% węgiel drzewny 60%	10	900 ÷ 950
G — ołowiu i stopów ołowiu	żeliwny	—	—	350 ÷ 400
H — niklu i stopów niklu	grafitowy lub szamotowy	szkło wodne	10	1550 ÷ 1600
J — cynku, stopów cynku	żeliwny	—	—	420 ÷ 450
K — magnezu i stopów magnezu		chlórek magnezowy 60%, chlórek potasowy 40%	10	650
L — aluminium i stopów aluminium	grafitowy	chlórek sodowy 25%, chlórek potasowy 60%, kriolit 15%	10	660 ÷ 670



Rys. 3



Rys. 4

b) **Oznaczanie uzysku metalu.** Pozostały płynny metal wlać na czystą płytkę żeliwną. Błoczek i metal odlany na płytkę po ostudzeniu oczyścić od ewentualnych zanieczyszczeń żużlem lub zgarem.

Żużel względnie zgar usunięty z kąpieli i pochodzący z metalu, po ostudzeniu rozdrobnić do wielkości ziaren 1,02 mm, przesiać, odsiew nie dający się rozdrobnić jako metal dołączyć do metalu odlanego w postaci błoczka oraz placka na płycie żeliwnej i zważyć. Przesiew należy odrzucić.

Uzysk metalu (U) w procentach obliczyć wg wzoru

$$U = \frac{M_u}{M} \cdot 100$$

w którym:

M — masa metalu przed stopieniem, g,

M_u — masa metalu otrzymanego po stopieniu, g.

Stratę topienia w procentach oblicza się przez odjęcie od 100 uzysku metalu wyrażonego w procentach.

Rzeczywistą procentową zawartość metalu w partii możliwą do odzyskania w dalszym przerobie oblicza się mnożąc sumę procentowej zawartości metalu M_I , M_{II} , M_{III}

przez współczynnik $\frac{U}{100}$.

3.8.7. Przygotowanie próbek laboratoryjnych po stopieniu części metalicznych. Z błoczka odlanego metalu należy przygotować próbkę w postaci wiórów przez wiercenie, frezowanie lub cięcie w trzech miejscach wzdłuż jego przekątnych, równomiernie rozłożonych na ich długościach, w sposób zabezpieczający przed utlenieniem się wiórów. Otrzymane wióry należy oczyścić magnesem z ewentualnych zanieczyszczeń żelaza, mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a) i podzielić na dwie lub trzy próbki laboratoryjne.

3.8.8. Opakowanie i przeznaczenie próbek laboratoryjnych

3.8.8.1. Opakowanie próbek. W przypadku gdy próbki laboratoryjne składają się z odsiewów metalicznych i drobnego przesiewu, poszczególne odsiewy i przesiew, jeżeli nie podano inaczej w rozdz. 5, zsypuje się do oddzielnych trwałych lub impregnowanych torebek papierowych, podając na każdej ten sam numer próbki, wymiary oczek sit, z których pochodzi odsiew metalu, procentowy jego udział oraz na ostatniej torebce procentowy udział drobnego przesiewu. Komplet torebek z poszczególnymi odsiewami i przesiewem należy włożyć do większej torebki. W przypadku topienia odsiewów, zamiast części metalicznych znajdują się wióra w próbce laboratoryjnej. Napis na torebce dużej powinien zawierać:

- numer laboratoryjny próbki,
- kategorię i klasę odpadu,
- zawartość wilgoci w %,
- procentowy udział poszczególnych odsiewów metalicznych (M_I , M_{II} , M_{III}) i ostatniego (drobnego) przesiewu

P_I (przykład 1), a w przypadku przygotowania próbek laboratoryjnych z jednoczesnym ustaleniem uzysku metalu (U) również straty topienia (przykład 2).

Przykład 1

- M_I powyżej 10 mm — 30%
- M_{II} powyżej 1,02 mm — 10%
- M_{III} powyżej 0,43 mm — 10%
- P_I poniżej 0,43 mm — 49%

Przykład 2

- $M_I + M_{II} + M_{III}$ przy uzysku 90% — 45%
- Straty topienia — 5%
- P_I poniżej 0,43 mm — 49%.

W przypadku gdy próbka laboratoryjna nie ma części metalicznych lub wiórów napis na opakowaniu należy ograniczyć tylko do danych, wyszczególnionych w pozycjach pod literą a, b lub a, b i c.

3.8.8.2. Przeznaczenie próbek. Jedną próbkę przeznacza się do wykonania analizy i przeprowadzenia oceny jakości partii w zakresie składników wyszczególnionych w normie arkuszowej PN-76/H-15716 na podstawie otrzymanych wyników, drugą do ewentualnej analizy kontrolnej lub rozjemczej, trzecią dla dostawcy lub odbiorcy w razie obecności ich przedstawiciela przy pobieraniu oraz przygotowaniu próbek.

Drugą torebkę z próbką należy zalakować i zaopatrzyć w pieczętkę przedsiębiorstwa, w którym próbkę pobrano, a w przypadku obecności przedstawiciela dostawcy i odbiorcy w pieczętce obydwóch stron.

3.8.9. Protokół pobierania i przygotowania próbek. Po pobraniu i przygotowaniu próbek należy spisać protokół, który powinien zawierać następujące dane:

- nazwę dostawcy i odbiorcy,
- awizowaną klasę odpadu i jej cechę,
- stwierdzoną klasę odpadu i jej cechę,
- rodzaj środka transportu odpadu,
- numery wagonów przy dostawach wagonowych,
- masę partii w kg,
- numer specyfikacji,
- zawartość wilgoci w procentach,
- procentowy udział poszczególnych frakcji ziarnowych jak w punkcie 3.8.8.1 d),
- liczbę przygotowanych próbek laboratoryjnych i ich przeznaczenie,
- inne dane dotyczące partii,
 - data i miejsce pobierania próbek,
 - podpisy pobierającego i przygotowującego próbki.

Dopuszcza się spisywanie danych z pozycji a) ÷ m) w przeznaczonych do tego celu książkach ewidencyjnych.

4. METODY OZNACZANIA WILGOTNOŚCI

4.1. Oznaczanie wilgotności odpadów nie zawierających kwasu siarkowego. Oznaczanie wilgotności przeprowadzić z dwóch próbek o masie po 500 g lub po 1000 g, jeżeli w rozdz. 5 nie podano inaczej, rozłożonych równą warstwą w płaskim naczyniu emaliowanym albo z blachy nierdzewnej.

Przy odpadach drobnoziarnistych grubość warstwy nie powinna być większa od 3 cm. Naczynie z próbką wstawić do suszarki ogrzanej do temperatury $105^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ i suszyć do uzyskania stałej masy. Odpady z wysoką zawartością chlorków suszyć w temperaturze 200°C , na otwartej płycie grzewczej. Po wysuszeniu i ostudzeniu pod przykryciem w temperaturze pokojowej zważyć próbkę wraz z naczyniem. Próbkę odpadów łatwo utleniających się dopuszcza się ważyć ciepłe w temperaturze około 40°C .

Zawartość wilgoci (A) obliczyć w procentach wg wzoru

$$A = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

m — masa próbki przed suszeniem, g,

m_1 — masa próbki po suszeniu, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń.

4.2. Oznaczanie wilgotności odpadów zawierających kwas siarkowy. Dwie próbki o masie 100 g każda umieścić w parownicach porcelanowych i odparować kwas siarkowy oraz wilgoć na łaźni piaskowej w maksymalnej temperaturze 350°C , tak długo aż bibuła zamoczona w amoniaku i przetrzymana w czasie odparowywania nad próbką nie tworzy białych dymów. Po ostudzeniu jak w 4.1 obliczyć zawartość wilgoci (A) w procentach wg wzoru

$$A = \frac{m - (m_1 + m_2)}{m} \cdot 100$$

w którym:

m i m_1 jak w 4.1,

m_2 — masa kwasu siarkowego oznaczana z oddzielnej próbki wg normy BN-68/0803-09.

Sposób przygotowania próbki do oznaczania zawartości kwasu siarkowego podano w rozdz. 5.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń.

5. METODY POBIERANIA I PRZYGOTOWANIA PRÓBEK W ZALEŻNOŚCI OD POSTACI ODPADU

5.1. Skrzepy

5.1.1. Charakterystyka postaci. Skrzepy są to odpady powstałe przez zakrzepnięcie na ściankach kadzi, wlewnic, form albo innych powierzchni ciekłego metalu w czasie odlewania lub przelewania. Mają one postać kawałków metalu o nieregularnym i różnorodnym kształcie, są zanieczyszczone niewielką ilością zgarów, nagarem z form i wlewnic

oraz masą formierską. Zanieczyszczenia te są zespolone z kawałkami metalu. Pod względem wielkości kawałków skrzepy stanowią odpady grubokawałkowe o maksymalnym wymiarze kawałków 500 mm.

5.1.2. Oględziny wstępne partii. Wzrokową ocenę partii przeprowadzić zgodnie z 3.5.

5.1.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych. Próbkę pierwotną pobierać przed załadowaniem lub po wyładowaniu skrzepu ze środka transportu.

5.1.4. Masa próbki ogólnej podana jest w tabl. 3.

Tablica 3

Masa partii, kg	Masa próbki ogólnej, kg min
do 5000	10
powyżej 5000 do 10000	20
powyżej 10000	30

5.1.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowania próbki ogólnej. Pobieranie próbek pierwotnych przeprowadzać zgodnie z 3.7.3, a próbkę ogólną przygotować wg 3.7.5.

5.1.6. Metoda przygotowania średniej próbki laboratoryjnej. Pobraną próbkę ogólną zważyć, umieścić na płycie stalowej, oczyścić kawałki metalu od części niemetalicznych przez odbicie ich ubijakiem, młotkiem lub szczotką drucianą. Części niemetaliczne dołączyć do próbki ogólnej, którą należy rozdrobnić, po rozdrobieniu przesiał przez sito kontrolne o wymiarach oczek 10 mm, odsiew metaliczny dołączyć do kawałków metalu i zważyć jako metal M_1 . Przesiew mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a) i metodą porcji wg 3.8.3 a) pobrać dwie próbki po 600 g do oznaczania wilgotności. W przypadku małej ilości przesiewu podzielić próbkę na dwie części i te przeznaczyć do oznaczania wilgotności. Po wysuszeniu i zważeniu próbek połączyć je i przesiał przez sito o wymiarze oczek 1,02 mm, odsiew rozdrobnić mechanicznie lub ręcznie, ponownie przesiał przez to samo sito i zważyć przesiew oraz części metaliczne jako metal M_2 . Połączone przesiewy otrzymane z sita o wymiarach oczek 1,02 mm mieszać na folii wg 3.8.2 b) i przygotować metodą porcji wg 3.8.3 a) lub dzielenia wg 3.8.3 c) dwie lub trzy próbki laboratoryjne po 10 g. Przed ważeniem części metalicznych M_1 i odsiewu M_2 należy usunąć zanieczyszczenia mechaniczne żelaza za pomocą magnesu.

Zawartość metalu M_I i M_{II} oraz przesiew o wielkości ziaren do 1,02 mm (P_I) obliczyć w procentach wg wzorów:

$$M_I = \frac{M_1}{G_0} \cdot 100$$

$$M_{II} = \frac{M_2}{G_1} \cdot \frac{(G_0 - M_1)}{G_0} \cdot 100$$

$$P_1 = \frac{P}{G_1} \cdot \frac{(G_0 - M_1)}{G_0} \cdot 100$$

w których:

M_1 — masa metalu w kawałkach większych od 10 mm, g,

M_2 — masa metalu o wielkości ziaren powyżej 1,02 mm, g,

P — masa przesiewu o wielkości ziaren poniżej 1,02 mm, g,

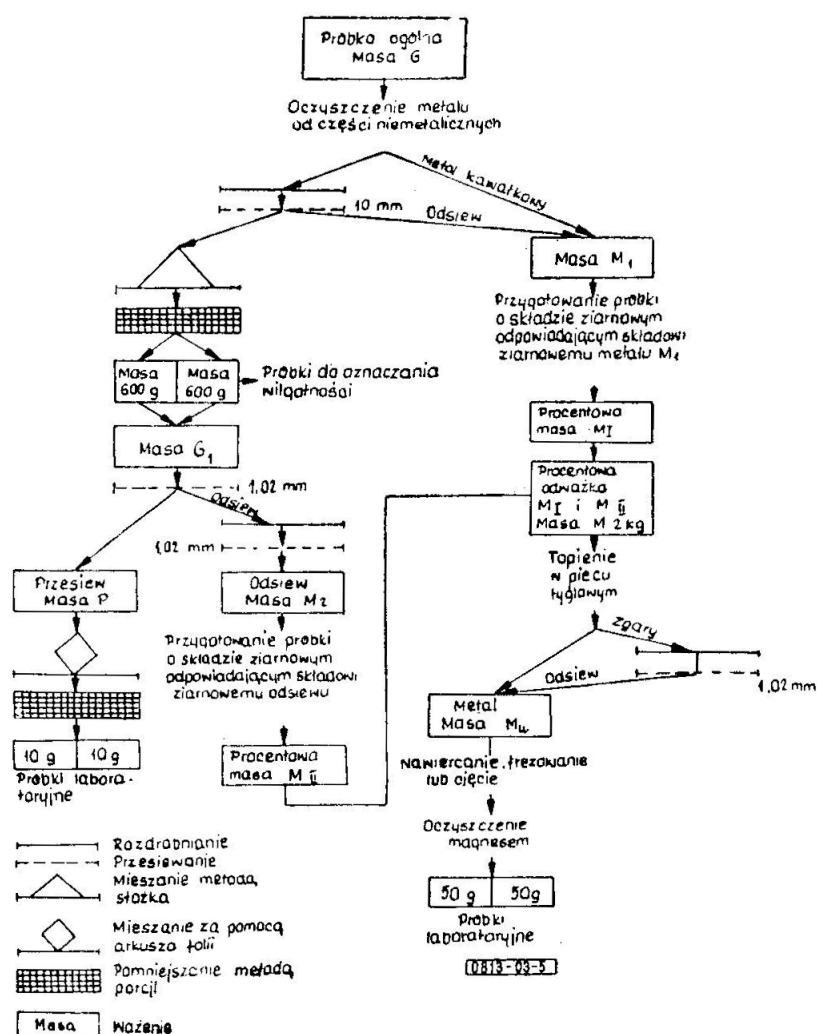
G_0 — masa próbki ogólnej suchej, z której wydzielono masę M_1 , g,

G_1 — masa pomniejszonej próbki ogólnej z której wydzielono masę M_2 , oraz masę P , g.

Z metalu M_1 i M_2 przygotować próbki o składzie ziarnowym odpowiadającym ich składowi ziarnowemu. Odważyć procentowo około 2 kg metalu M_1 i M_{II} w stosunku zależnym od zawartości każdego z nich w próbce ogólnej wg 3.8.6.2. Odważony metal topić w warunkach podanych w 3.8.6.3, stopiony metal odlewać i obliczyć uzysk wg 3.8.6.4.

Z bloczka odlanego metalu przygotować dwie lub trzy próbki laboratoryjne po 50 g wg 3.8.7.

Schemat przygotowania średnich próbek laboratoryjnych skrzepów podano na rys. 5.



Rys. 5

5.1.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych oraz spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek.

Próbki laboratoryjne z metalu oraz przesiewu opakować i opisać w sposób podany w 3.8.8. Protokół pobierania i przygotowania próbek laboratoryjnych spisać wg 3.8.9.

5.2. Zgary i popioły

5.2.1. Charakterystyka postaci. Zgary i popioły tworzą się w wysokich temperaturach na powierzchni płynnego metalu i stanowią mieszaninę metalu, metalu pokrytego tlenkami, przerostów metalu i tlenków, tlenków i innych związków metali, związków niemetalicznych, o zawartości metalu dochodzącego do 80%.

Zgary charakteryzuje postać kawałkowa z zawartością większych części metalicznych, a popioły są produktem bardziej sypkim, zawierającym drobne ziarenka metalu.

Zgary i popioły stanowią pospółkę składającą się ze zgarów różnej wielkości oraz drobnoziarnistych i zbrylonych popiołów. Wielkość zgarów, udział zgarów i popiołów zależna jest od gatunku stopu, czasu i stosowanej temperatury topienia i stopnia ochrony przed utlenieniem.

Ze względu na wymiary największych kawałków odróżnia się zgary i popioły drobnokawałkowe i grubokawałkowe.

5.2.2. Oględziny wstępne partii. Wzrokową ocenę partii należy przeprowadzić w zakresie podanym w 3.5.

5.2.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych. Próbki pierwotne należy pobierać:

a) bezpośrednio z wagonu lub samochodu, w czasie wyładowania lub załadowania — ze zgarów i popiołów drobnokawałkowych,

b) przed załadowaniem lub po wyładowaniu — ze zgarów i popiołów grubokawałkowych.

5.2.4. Masa próbki ogólnej podana jest w tabl. 4.

Tablica 4

Rodzaj zgarów i popiołów	Masa partii, kg	Masa próbki ogólnej, kg min
Drobnokawałkowe	do 10 000	20
	powyżej 10 000 do 20 000	30
	powyżej 20 000	40
Grubokawałkowe	do 10 000	30
	powyżej 10 000 do 20 000	40
	powyżej 20 000	50

5.2.5. Sposób pobierania próbek laboratoryjnych i przygotowanie próbki ogólnej

a) Próbki ze zgarów i popiołów drobnokawałkowych należy pobierać z każdego wagonu lub samochodu wg 3.7.1 b) lub 3.7.1 c), a w czasie załadowania lub wyładowania wg 3.7.2.

b) Próbki ze zgarów i popiołów gruboziarnistych należy pobierać wg 3.7.3.

Próbkę ogólną należy przygotować wg 3.7.5.

5.2.6. Metody przygotowania średnich próbek laboratoryjnych

5.2.6.1. Przygotowanie próbek bez oznaczania zawartości zanieczyszczeń mechanicznych żelaza. Próbkę ogólną zważyć i wsypać na płytę stalową. W przy-

padku stwierdzenia większych kawałków metalu wybrać je, oczyścić od zewnętrznych części niemetalicznych i odłożyć, a części niemetaliczne dołączyć do próbki ogólnej. Próbkę ogólną rozdrobnić ubijakiem stalowym do wielkości ziaren mniejszych od 10 mm i przesiać. Odsiew nie dający się rozdrobnić dołączyć do poprzednio wybranego metalu i zważyć jako metal M_1 . W przypadku zgarów i popiołów ołowiu, metal o wielkości kawałków powyżej 10 mm zagrzać w tyglu lub innym naczyniu żeliwnym do temperatury topnienia, usunąć powstające na powierzchni zgary i popioły, rozdrobnić je do wielkości ziaren poniżej 5 mm, przesiać odsiew, dołączyć do płynnego metalu, odlać go w formie placka, a ewentualne dodatkowe zgary po rozdrobieniu dołączyć do próbki ogólnej. W przypadku stwierdzenia jeszcze metalu w odsiewie ostatnich zgarów z topienia, dołączyć metal do odlanego placka i zważyć jako metal M_1 .

Przy zgarach i popiołach cynkowych, metal o wielkości kawałków powyżej 10 mm można nie ważyć tylko zagrzać do temperatury $250 \div 300^\circ\text{C}$ w naczyniu żeliwnym o kształcie okrągłym, rozetrzeć tłuczkiem stalowym do wielkości ziaren poniżej 5 mm i dołączyć do przesiewu z sita o wymiarach oczek 10 mm próbki ogólnej.

Przesiew próbki ogólnej o masie 20 i 30 kg mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a), pomniejszyć do połowy metodą stożka i kwartowania wg 3.8.3 b). Przesiew próbki o masie 40 i 50 kg mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a) i pomniejszyć metodą stożka i kwartowania wg 3.8.3 b) do jednej czwartej. Metodą porcji wg 3.8.3 a) przygotować dwie próbki po 1 kg do oznaczania wilgotności, a dodatkowo dla zgarów cynku jedną próbkę o masie około 100 g do oznaczania zawartości chloru. 100 g próbki rozdrobnić, przesiać przez sito o wymiarach oczek 1,02 mm i przesiew przeznaczyć jako próbkę laboratoryjną do oznaczania chloru.

Zawartość metalu M_1 obliczyć w procentach wg wzoru

$$M_1 = \frac{M_1}{G_0} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

M_1 — masa metalu w kawałkach większych od 10 mm, g,
 G_0 — masa próbki ogólnej, suchej, z której wydzielono masę M_1 , g.

Dalsze przygotowanie próbki może nastąpić w dwóch wariantach, w zależności od sposobu jej rozdrabniania, ręcznego lub mechanicznego.

Wariant 1 — przy mechanicznym rozdrabnianiu próbki. Pozostałą część przesiewu o wielkości ziaren poniżej 10 mm, po pobraniu próbek do oznaczania wilgotności, rozdrobnić w kruszarce młotkowej lub młynku kulowym. Próbkę po rozdrobieniu zważyć, przesiać przez sito o wielkości oczek 1,02 mm. W przypadku stwierdzenia jeszcze w odsiewie obecności części niemetalicznych, rozdrobnić je, ponownie przesiać i odsiew zważyć jako metal M_2 .

W przypadku zgarów i popiołów ołowiu, odsiewu o wielkości ziaren powyżej 1,02 mm można nie rozdrabniać

tylko stopić i postępować dalej jak podano wyżej dla metalu o wielkości kawałków większych od 10 mm.

Połączone przesiewy z sita o wymiarach oczek 1,02 mm mieszać metodą stożka wg 3.8.2a), pomniejszyć również metodą stożka i kwartowania do masy 2 kg wg 3.8.3b). Próbkę suszyć przez trzy godziny w temperaturze 105°C , a po wysuszeniu mieszać ją metodą stożka wg 3.8.2a) i metodą porcji wg 3.8.3a) przygotować próbkę o masie 500 g. Odważoną próbkę przesiać przez sito o wielkości oczek 0,43 mm i odsiew rozdrobnić w ucieraku mechanicznym. Nie dający się rozetrzeć odsiew przesiać przez sito kontrolne o wymiarach oczek 0,43 mm, zważyć, jako metal M_3 . Połączone przesiewy z sita o wymiarach oczek 0,43 mm zważyć, mieszać na folii wg 3.8.2b) i metodą porcji wg 3.8.3a) pobrać dwie próbki po 30 g.

Wariant 2 — przy ręcznym rozdrabnianiu próbek.

Po wysuszeniu próbek i oznaczeniu wilgotności połączyć je, mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a) i pomniejszyć do połowy metodą stożka i kwartowania wg 3.8.3 b). Próbkę zważyć, przesiać przez sito o wymiarach oczek 1,02 mm, rozdrobnić, odsiew nie dających się rozetrzeć części mechanicznych przesiać przez sito kontrolne o wymiarach oczek 1,02 mm i zważyć jako metal M_2 .

W przypadku zgarów i popiołów ołowiu, odsiewu o wielkości ziaren powyżej 1,02 mm można nie rozdrabniać tylko stopić i postępować dalej, jak podano wyżej dla metalu o wielkości kawałków większych od 10 mm.

Połączone przesiewy z sita o wymiarach oczek 1,02 mm zsypać na folię, mieszać wg 3.8.2 b) i metodą porcji wg 3.8.3 a) pobrać próbkę o masie 200 g. Odważoną próbkę przesiać przez sito o wymiarach oczek 0,43 mm i odsiew rozdrobnić w moździerzu stalowym. Nie dające się rozetrzeć części metaliczne przesiać przez sito kontrolne i zważyć jako metal M_3 .

Połączone przesiewy z sita o wymiarach oczek 0,43 mm zważyć, mieszać na folii i metodą porcji wg 3.8.3 a) pobrać dwie lub trzy próbki po 30 g.

Przed ważeniem odsiewów M_1 , M_2 i M_3 należy usunąć zanieczyszczenia żelaza za pomocą magnesu. Przy stwierdzeniu większych ilości zanieczyszczeń żelaza należy je również zważyć i uwzględnić przy obliczeniu zawartości metalu M_{II} , M_{III} i przesiewu P_I .

Przy nieuwzględnieniu masy zanieczyszczeń żelaza zawartość metalu M_{II} i M_{III} oraz ostatniego przesiewu P_I w stosunku do próbki ogólnej obliczyć w procentach wg wzorów:

$$M_{II} = \frac{M_2}{G_1} \cdot \frac{G_0 - M_1}{G_0} \cdot 100 \quad (4)$$

$$M_{III} = \frac{M_3}{G_2} \cdot \frac{G_1 - M_2}{G_1} \cdot \frac{G_0 - M_1}{G_0} \cdot 100 \quad (5)$$

$$P_I = \frac{P}{G_2} \cdot \frac{G_1 - M_2}{G_1} \cdot \frac{G_0 - M_1}{G_0} \cdot 100 \quad (6)$$

w których:

- M_1 — masa metalu w kawałkach większych od 10 mm, g,
 M_2 — masa metalu o wielkości ziaren powyżej 1,02 mm, g,
 M_3 — masa metalu o wielkości ziaren powyżej 0,43 mm, g,
 P — masa przesiewu o wielkości ziaren poniżej 0,43 mm, g,
 G_0 — masa suchej próbki ogólnej, z której wydzielono masę M_1 , g,
 G_1 — masa próbki pomniejszonej suchej, z której wydzielono masę M_2 , g,
 G_2 — masa próbki pomniejszonej, z której wydzielono masę M_3 oraz masę P , g.

Próbki laboratoryjne metali M_1 , M_2 i M_3 przygotować:

a) w przypadku oznaczania uzysku i konieczności ujednorodnienia metalu w zakresie składu chemicznego wg 3.8.7 o masie po 50 g, po uprzednim uwzględnieniu postanowień podanych w 3.8.6.2, 3.8.6.3 i 3.8.6.4;

b) w przypadku nieoznaczania uzysku i konieczności ujednorodnienia składu chemicznego tylko metali M_1 i M_2 wg 3.8.7 próbki o masie 30 g, po uprzednim uwzględnieniu postanowień podanych w 3.8.6.1, 3.8.6.3 i 3.8.6.4a), a próbki metalu M_3 wg 3.8.5b) lub 3.8.5c) również o masie 30 g.

W zależności od klasy zgarów i popiołów mogą zachodzić inne przypadki, które należy rozwiązać na podstawie wytycznych podanych w 3.8.5, 3.8.6 i 3.8.7.

Schemat przygotowania średnich próbek laboratoryjnych zgarów i popiołów podano na rys. 6, który uwzględnia przypadki wyszczególnione w poz. a).

5.2.6.2. Przygotowanie próbek z jednoczesnym oznaczaniem zawartości zanieczyszczeń mechanicznych żelaza. W przypadku gdy zachodzi potrzeba oznaczania zanieczyszczeń żelaza próbki laboratoryjne przygotować w ten sposób jak podano w 5.2.6.1, z tym, że ze zważonej próbki ogólnej oraz z odsiewu sita o wymiarach oczek 10 mm należy wybrać widoczne kawałki żelaza i zważyć je. Z dalszych faz przygotowania próbek laboratoryjnych, z każdego odważonego odsiewu metalu rozsypanego na czystej folii należy również wydzielić magnesem cząstki żelaza i zważyć je.

Zawartość zanieczyszczeń żelaza (F) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$F = \left[\frac{F_1}{G_0} + \left(\frac{F_2}{G_1} \cdot \frac{G_0 - M_1 - F_1}{G_0} \right) + \left(\frac{F_3}{G_2} \cdot \frac{G_1 - M_2 - F_2}{G_1} \cdot \frac{G_0 - M_1 - F_1}{G_0} \right) \right] \cdot 100$$

w którym:

- F_1 — masa zanieczyszczeń żelaza o wielkości ziaren powyżej 10 mm, g,
 F_2 — masa zanieczyszczeń żelaza o wymiarach ziaren powyżej 1,02 mm, g,

F_3 — masa zanieczyszczeń żelaza o wymiarach ziaren powyżej 0,43 mm, g,

M_1 — masa metalu w kawałkach o wymiarach powyżej 10 mm po wydzieleniu masy zanieczyszczeń żelaza F_1 , g,

M_2 — masa metalu o wymiarach ziaren powyżej 1,02 mm po wydzieleniu masy zanieczyszczeń żelaza F_2 , g,

M_3 — masa metalu o wymiarach ziaren powyżej 0,43 mm po wydzieleniu masy zanieczyszczeń żelaza F_3 , g,

G_0 — masa suchej próbki ogólnej, z której wydzielono masę M_1 i F_1 , g,

G_1 — masa próbki pomniejszonej suchej, z której wydzielono masę M_2 i F_2 , g,

G_2 — masa próbki pomniejszonej, z której wydzielono masę M_3 i F_3 , g.

5.2.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych oraz spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek. Próbki opakować i opisać w sposób podany wg 3.8.8. Protokół pobierania i przygotowania próbki spisać wg 3.8.9.

5.3. Odsiew metaliczny

5.3.1. Charakterystyka postaci. Odsiewy metaliczne są to wydzielone ze zgarów ziarna metaliczne o wielkości powyżej 2 mm do około 30 mm, zanieczyszczone w niewielkim stopniu zgarami, popiołem i topnikiem.

5.3.2. Oględziny wstępne partii. Wzrokową ocenę partii przeprowadzić zgodnie z 3.5.

5.3.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych. Próbki pierwotne należy pobierać podczas załadowania lub wyładowania wagonu lub bezpośrednio ze środka transportu. W przypadku dostawy odsiewu metalicznego w opakowaniach (bębnach, lub innych pojemnikach) próbkę pobiera się z opakowań.

5.3.4. Masa próbki ogólnej podana jest w tabl. 5.

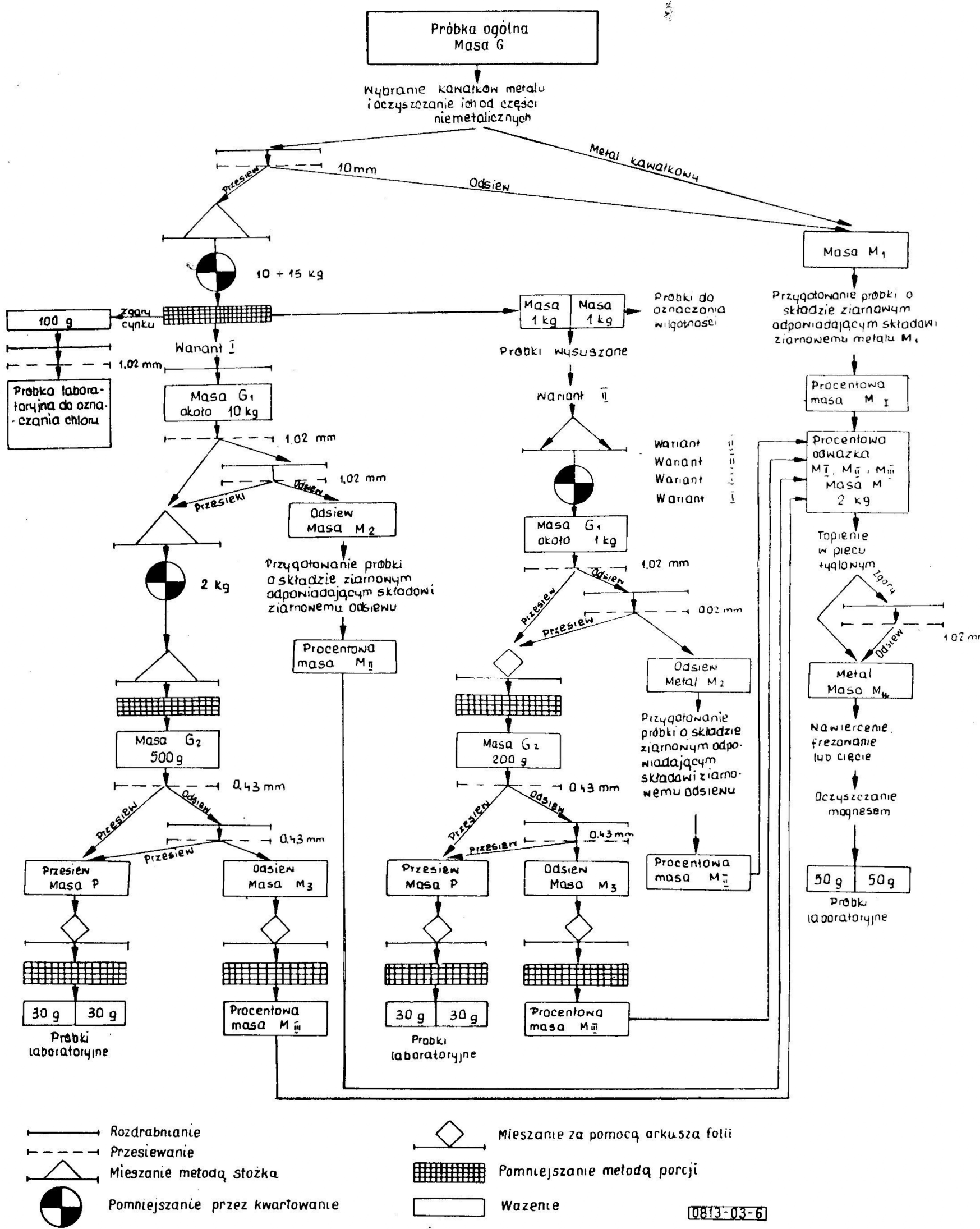
Tablica 5

Masa partii, kg	Masa próbki ogólnej, kg min
do 5 000	10
powyżej 5 000 do 10 000	20
powyżej 10 000	30

5.3.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej. Podczas załadowania lub wyładowania wagonu lub samochodu pobierać próbki pierwotne wg wskazań podanych w 3.7.2, a z wagonu lub samochodu wg 3.7.1 b) lub wg 3.7.1 c). Przy dostawie odsiewu metalicznego w opakowaniach, próbki pierwotne pobrać wg 3.7.4 a) lub wg 3.7.4 b).

Z każdego wytypowanego opakowania należy pobrać łopatą jedną próbkę pierwotną z wierzchu, a drugą po odsypaniu około połowy zawartości opakowania.

Przy pobieraniu próbek należy przestrzegać warunków podanych w 3.1.2. Próbkę ogólną przygotować wg 3.7.5.



Rys. 6

5.3.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych. Próbkę ogólną mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a), a następnie pomniejszać do 5 kg metodą stożka i kwartowania wg 3.8.3 b). Odważoną próbkę o masie 5 kg przesiać przez sito o wymiarze oczek 1,02 mm, odsiew i przesiew zważyć. Przed zważeniem usunąć zanieczyszczenia mechaniczne żelaza za pomocą magnesu.

Zawartość odsiewu metalu M_1 i przesiewu P_1 obliczyć w procentach wg wzorów:

$$M_1 = \frac{M_1}{G_1} \cdot 100$$

$$P_1 = \frac{P}{G_1} \cdot 100$$

w których:

M_1 — masa metalu o wielkości ziaren powyżej 1,02 mm, g,

P — masa przesiewu o wielkości ziaren powyżej 1,02 mm, g,

G_1 — masa próbki pomniejszonej do 5 kg, z której wydzielono masę M_1 i masę P , g.

Przesiew mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a) i metodą porcji wg 3.8.3 a) przygotować dwie lub trzy próbki po 5 g. Z metalu M_1 przygotować próbkę o składzie ziarnowym odpowiadającym jego składowi ziarnowemu i masie 2 kg. Odważoną próbkę topić w warunkach podanych w 3.8.6.3, stopiony metal odlać i obliczyć uzysk wg 3.8.6.4.

Z bloczka odlanego metalu przygotować dwie lub trzy próbki laboratoryjne po 50 g wg 3.8.7.

Schemat przygotowania średnich próbek laboratoryjnych odsiewów metalicznych podano na rys. 7.

5.3.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych oraz spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek. Probki z metalu I oraz przesiewu opakować w sposób podany wg 3.8.8. Protokół pobierania i przygotowania próbek spisać wg 3.8.9.

5.4. Popioły

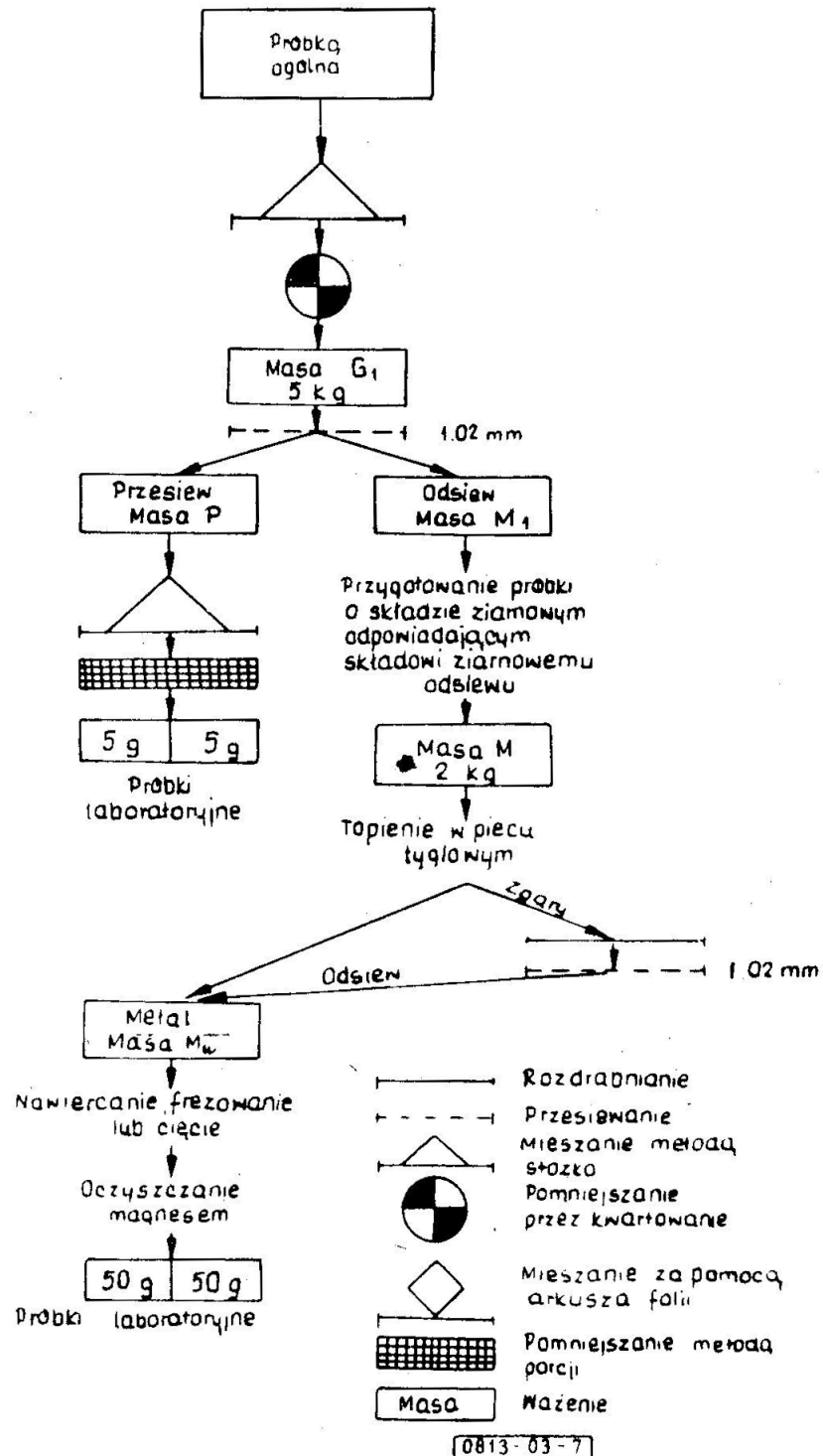
5.4.1. Charakterystyka postaci. Popioły stanowią pozostałość po wydzieleniu ze zgarów odsiewu metalicznego, zawierającą mieszaninę drobnych ziarenek metalu, ziarenek metalu pokrytych tlenkami, tlenków i innych związków metali oraz związków niemetalicznych o wielkości ziaren do 3 mm, często jednak zgrudkowanych do wielkości grudek, przekraczających 10 mm.

5.4.2. Oględziny wstępne partii. Wzrokową ocenę partii przeprowadzić zgodnie z 3.5.

5.4.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych. Probki pierwotne pobierać z wagonu, samochodu lub z opakowań.

5.4.4. Masa próbki ogólnej podana jest w tabl. 6.

5.4.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej. Probki pierwotne z wagonu samochodu należy pobierać wg 3.7.1 a) zgłębnikiem o wymiarach podanych w BN-65/0802-02 na rys. 2, z beczek,



Rys. 7.

Tablica 6

Masa partii kg	Masa próbki ogólnej kg min
do 10 000	10
powyżej 10 000 do 20 000	20
powyżej 20 000	30

bębnow i worków tym samym zgłębnikiem wg 3.7.4 a), a z innych opakowań wg 3.7.4 b). Próbkę ogólną przygotować wg 3.7.5.

5.4.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych. Próbkę ogólną wsypać na płytę stalową, rozdrobnić ubijakiem zbrylone grudki i przesiać w całości przez sito o wymiarze oczek 10 mm. Przesiew próbki ogólnej mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a), pomniejszyć do połowy metodą stożka i kwartowania wg 3.8.3 b), a metodą porcji wg 3.8.3 a) po bierać po dwie próbki po 1 kg

do oznaczania wilgotności. Po wysuszeniu połączyć obydwie próbki rozetrzeć zbrylone grudki, przesiał przez sito kontrolne o wymiarach oczek 5 mm, mieszać metodą stożka i pomniejszyć próbkę metodą porcji do 1 kg. Odważono 1 kg próbki przesiał przez sito o wymiarach oczek 1,02 mm, odsiew rozdrobnić w moździerzu stalowym lub ucieraku mechanicznym, ponownie przesiał przez to samo sito i części metaliczne zważyć jako metal M_1 .

Przesiewy z sita o wymiarach oczek 1,02 mm połączyć, mieszać na folii wg 3.8.2 b) i metodą porcji wg 3.8.3 a) pomniejszyć próbkę do masy 200 g. Odważoną próbkę 200 g przesiał przez sito o wymiarach oczek 0,43 mm i odsiew rozdrobnić w ucieraku mechanicznym lub ręcznie w moździerzu stalowym. Nie dające się rozetrzeć części metaliczne zważyć jako metal M_2 .

Przed zważeniem metalu M_1 i M_2 usunąć zanieczyszczenia mechaniczne żelaza za pomocą magnesu.

Połączone przesiewy z sita o wymiarach oczek 0,43 mm zważyć, mieszać na folii i metodą porcji wg 3.8.3 a) przygotować dwie lub trzy próbki po 30 g.

Z poszczególnych odsiewów przygotować taką samą liczbę próbek. Z metalu M_1 przygotować próbki wg 3.8.5 a) po 30 g, a z metalu M_2 wg 3.8.5 b) lub 3.8.5 c) o masie po 20 g. W przypadku gdyby na sicie o wymiarach oczek 10 mm lub 5 mm pozostał kawałek metalu można go nie uwzględniać w dalszych fazach przygotowania próbek laboratoryjnych, jeśli przypadkowo znalazł się w popiołach i przy oględzinach wstępnych partii nie stwierdzono obecności części metalicznych.

Zawartość metalu M_I i M_{II} oraz ostatniego przesiewu P_I w stosunku do pomniejszonej próbki obliczyć w procentach wg wzorów:

$$M_I = \frac{M_1}{G_1} \cdot 100$$

$$M_{II} = \frac{M_2}{G_2} \cdot \frac{(G_1 - M_1)}{G_1} \cdot 100$$

$$P_I = \frac{P}{G_2} \cdot \frac{(G_1 - M_1)}{G_1} \cdot 100$$

w których:

M_1 — masa metalu o wielkości ziaren większych od 1,02 mm, g,

M_2 — masa metalu o wielkości ziaren większych od 0,43 mm, g,

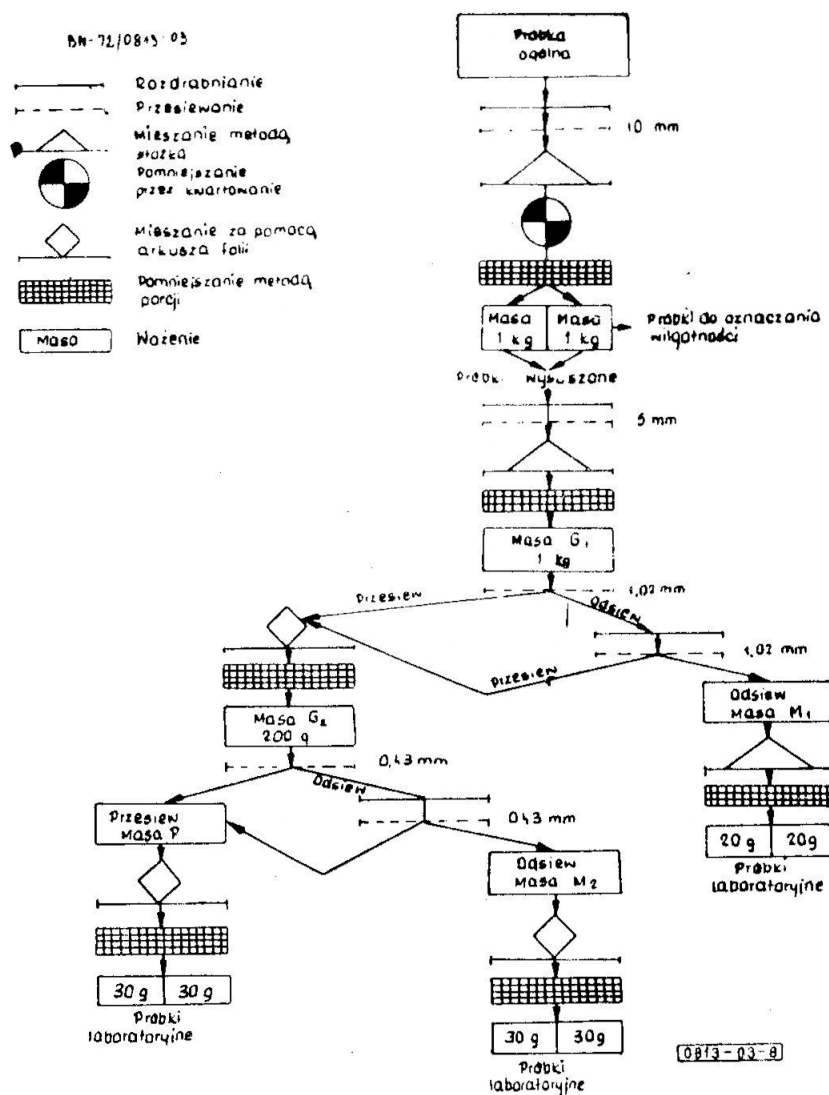
P — masa przesiewu o wielkości ziaren poniżej 0,43 mm, g,

G_1 — masa próbki pomniejszonej do 1 kg, z której wydzielono masę M_1 , g,

G_2 — masa próbki pomniejszonej do 200 g, z której wydzielono masę M_2 , oraz masę P , g.

Schemat przygotowania średnich próbek laboratoryjnych popiołów podano na rys. 8.

5.4.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych oraz spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek. Próbki metalu I i II oraz przesiewu opakować i opisać



Rys. 8

w sposób podany w 3.8.8. Protokół pobierania i przygotowania próbek spisać wg 3.8.9.

5.5. Żużle

5.5.1. Charakterystyka postaci. Żużle są to odpady powstałe podczas topienia metalu przy użyciu topnika nadającego im szklistą postać, wskutek wytworzenia się w trakcie reakcji topników z tlenkami metalu trwałych związków chemicznych zawierają również wtrącenia metalu. Żużle pochodzą przede wszystkim z procesów metalurgicznych miedzi i niklu, rzadziej wytwarzają się w procesach produkcji stopów brązu i niklu. Żużle pod względem wielkości kawałków stanowią odpady grubokawałkowe o maksymalnym wymiarze kawałków 500 mm. Ze względu na kruchość podlegają one pękaniu i rozkruszeniu w trakcie przeładunku, załadunku i wyładunku, podczas przewożenia i transportu.

5.5.2. Oględziny wstępne partii. Wzrokową ocenę partii przeprowadzić zgodnie z punktem 3.5.

5.5.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych. Próbki pierwotne pobierać przed załadowaniem lub po wyładowaniu żużla ze środka transportu.

5.5.4. Masa próbki ogólnej podana jest w tabl. 7.

5.5.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej. Pobieranie próbek pierwot-

Tablica 7

Masa partii, kg	Masa próbki ogólnej, kg min
do 5 000	10
powyżej 5 000 do 10 000	20
powyżej 10 000	30

nych przeprowadzić zgodnie z 3.7.3. Próbkę ogólną przygotować wg 3.7.5.

5.5.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych. Próbkę ogólną po zważeniu rozdrobnić mechanicznie w kruszarce albo ręcznie ubijakiem na płycie stalowej i przesiał przez sito o wymiarach oczek 5 mm. Odsiew nie dający się rozdrobnić zważyć jako metal M_1 . Przesiew mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a), pomniejszyć metodą stożka i kwartowania wg 3.8.3 b), czterokrotnie względnie dwukrotnie, zależnie od jego ilości, do około 5 kg. Pomniejszoną próbkę po jej zważeniu rozdrobnić w młynie kulowym lub ręcznie ubijakiem na płycie stalowej i przesiał przez sito o wymiarze oczek 1,02 mm. Nie dający się rozdrobnić odsiew zważyć jako metal M_2 . Następnie przesiew wymieszać metodą stożka wg 3.8.2 a) i pomniejszyć metodą stożka oraz kwartowania wg 3.8.3 b) do 500 g. Odważoną próbkę o masie 500 g rozdrobnić w ucieraku mechanicznym lub ręcznie w moździerzu stalowym do wielkości ziaren 0,43 mm, przesiał przez sito o wymiarze oczek 0,43 mm i odsiew nie dający się rozdrobnić zważyć jako metal M_3 .

Przed zważeniem metalu M_1 , M_2 i M_3 usunąć zanieczyszczenia mechaniczne żelaza, za pomocą magnezu. Przesiew po zważeniu mieszać na folii wg 3.8.2 b) i metodą porcji wg 3.8.3 a) przygotować dwie lub trzy próbki laboratoryjne po 20 g.

Z poszczególnych odsiewów przygotować taką samą ilość próbek laboratoryjnych. Z metalu M_1 , który przy zużłach powinien być jednorodny w zakresie składu chemicznego, przygotować — w razie jego obecności — próbki o składzie ziarnowym, odpowiadającym składowi ziarnowemu odsiewu M_1 po 20 g, z metalu M_2 wg 3.8.5 a), a z metalu M_3 wg 3.8.5 b) po 30 g.

Zawartość metalu M_I , M_{II} i M_{III} oraz przesiewu P_I w stosunku do próbki ogólnej obliczyć w procentach wg wzorów (3), (4), (5), (6) podanych w 5.2.6, w których:

M_1 — masa metalu w kawałkach większych od 5 mm, g,

M_2 — masa metalu o wielkości ziaren większych od 1,02 mm, g,

M_3 — masa metalu o wielkości ziaren większych od 0,43 mm, g,

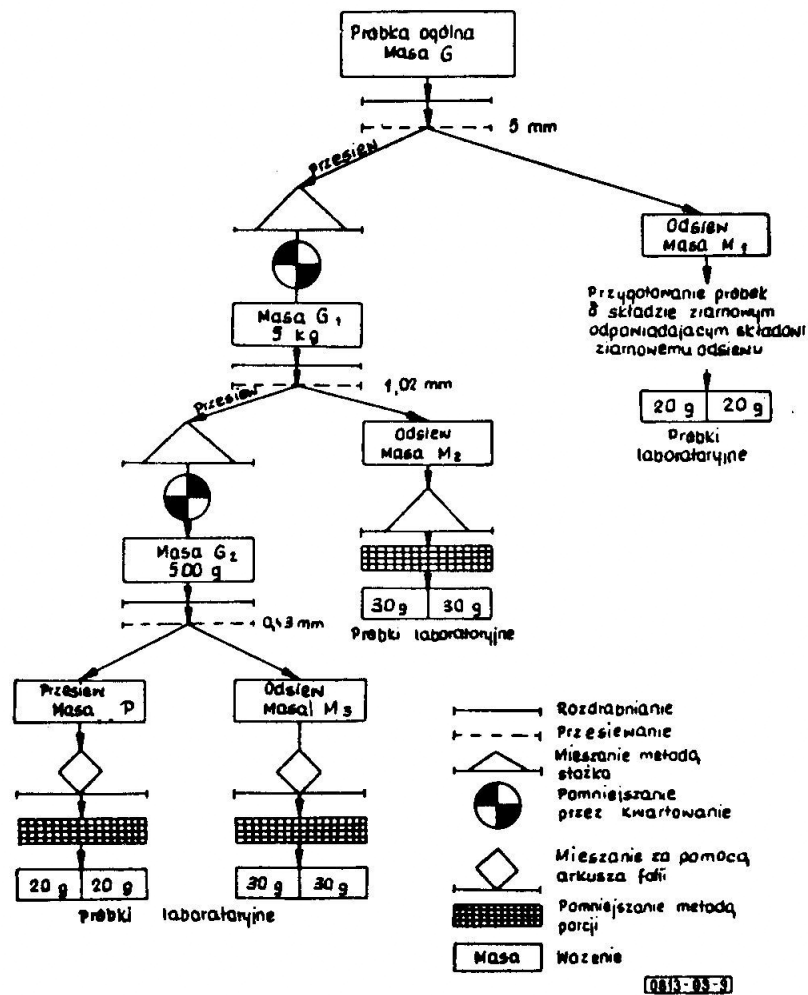
P — masa przesiewu o wielkości ziaren poniżej 0,43 mm, g,

G — masa próbki ogólnej, z której wydzielono masę M_1 , g,

G_1 — masa próbki pomniejszonej do 5 kg, z której wydzielono masę M_2 , g,

G_2 — masa próbki pomniejszonej do 500 g, z której wydzielono masę M_3 oraz masę P , g,

Schemat przygotowania średnich próbek laboratoryjnych zużła podano na rys. 9.



Rys. 9

5.5.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych oraz spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek. Probki opakować i opisać wg 3.8.8. Protokół pobierania i przygotowania próbek wg 3.8.9.

5.6. Zgorzelina

5.6.1. Charakterystyka postaci. Zgorzelina jest to utleniony metal w postaci drobnych, nieregularnych łatwo kruszących się płatków lub pyłu, oddzielony od powierzchni półwyrobów i wyrobów miedzi i jej stopów, a powstały przy ich nagrzewaniu do wysokich temperatur podczas obróbki cieplnej bez atmosfery ochronnej. Jest odpadem jednorodnym zarówno w zakresie składu ziarnowego jak i składu chemicznego.

5.6.2. Oględziny wstępne partii. Wzrokową ocenę partii przeprowadzić w zakresie podanym w 3.5.

5.6.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych. Probki pierwotne pobierać z pojemników, bębnow i innych opakowań.

5.6.4. Masa próbki ogólnej podana jest w tabl. 8.

5.6.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej. Probki pierwotne należy pobic-

Tablica 8

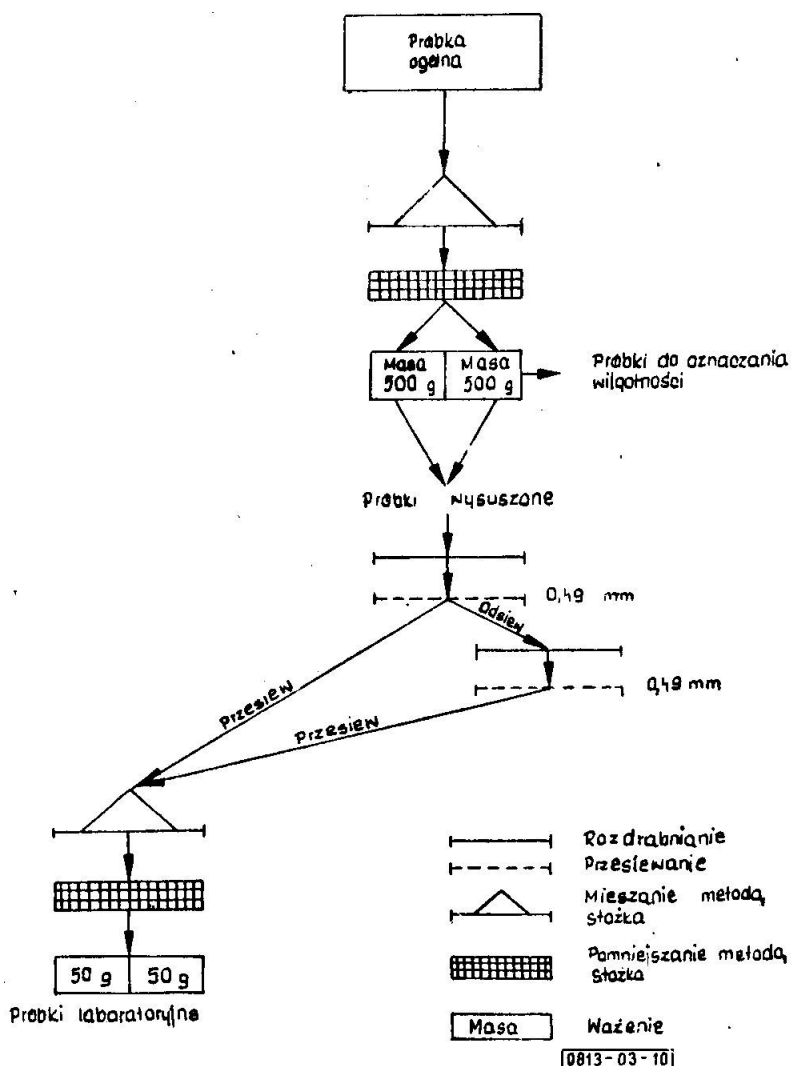
Masa partii, kg	Masa próbki ogólnej, kg min
do 5 000	5
powyżej 5 000 do 10 000	10
powyżej 10 000 do 20 000	20

rać wg 3.7.4 a) zgłębnikiem o wymiarach podanych na rys. 1 wg BN-65/0802-02, z każdego opakowania wytypowanego do pobrania próbki. Próbkę ogólną przygotować wg 3.7.5.

5.6.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych. Próbkę ogólną mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a), a następnie pomniejszyć metodą porcji przy grubości warstwy 10—20 mm wg 3.8.3 a) do dwóch próbek o masie po 500 g do oznaczania wilgotności.

Wysuszone próbki po oznaczeniu wilgotności połączyć, rozdrobnić do wielkości ziaren 0,49 mm, przesiał przez sito kontrolne o podanym wymiarze oczek, odsiew rozdrabniać tak długo dopóki całość próbki nie przejdzie przez sito kontrolne, mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a) i pomniejszając metodą porcji wg 3.8.3 a) przygotować dwie lub trzy próbki laboratoryjne po 50 g.

Schemat przygotowania średnich próbek laboratoryjnych zgorzeleniny podano na rys. 10.



Rys 10

5.6.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych i spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek. Próbki opakować, opakowanie opisać wg 3.8.8 i spisać protokół pobierania i przygotowania próbek wg 3.8.9.

5.7. Pyły

5.7.1. Charakterystyka postaci. Pyły stanowią odpady jednorodny w zakresie składu ziarnowego i występują w postaci bardzo drobnych cząstek metali i ich związków, unoszonych podczas procesów metalurgicznych przez gazy odlotowe. Z tej grupy najbardziej typowym jest pył cynkowy łatwo utleniający się.

5.7.2. Oględziny wstępne partii. Wzrokową ocenę partii przeprowadzić w zakresie podanym w 3.5.

5.7.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych. Próbki pierwotne pobierać z beczek lub innych opakowań.

5.7.4. Masa próbki ogólnej podana jest w tabl. 9.

Tablica 9

Masa partii, kg	Masa próbki ogólnej, kg min
do 5 000	10
powyżej 5 000 do 10 000	15
powyżej 10 000 do 20 000	25

5.7.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowania próbki ogólnej. Próbki pierwotne należy pobierać wg 3.7.4 a) zgłębnikiem o wymiarach podanych na rys. 1 wg BN-65/0802-02. Próbkę ogólną przygotować wg 3.7.5.

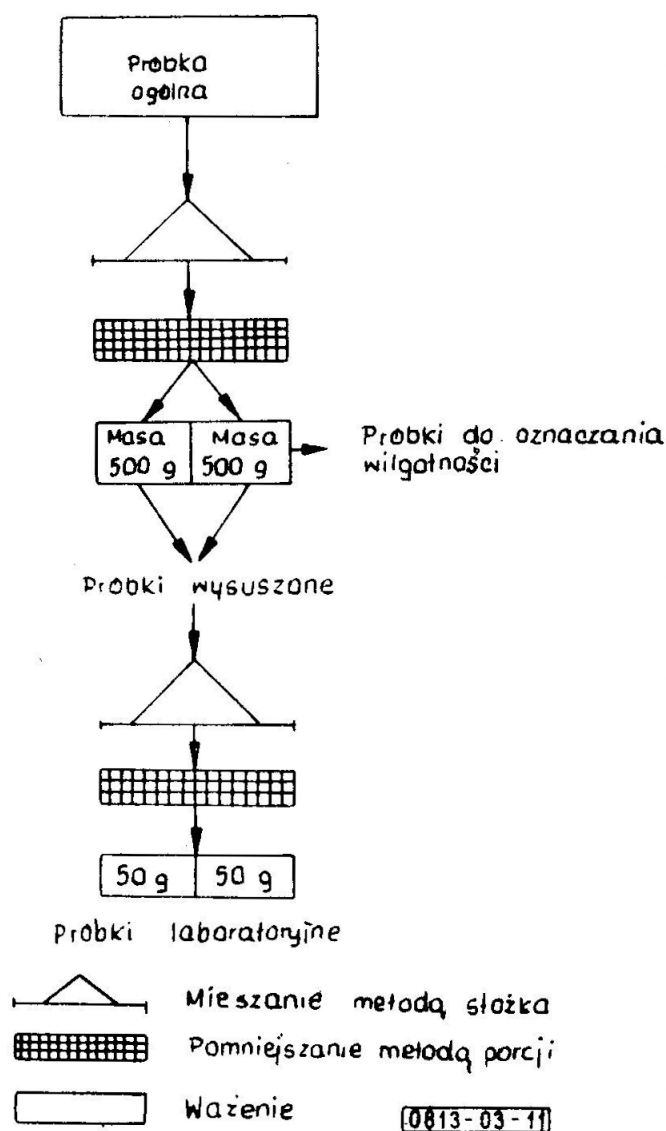
5.7.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych. Próbkę ogólną mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a), pomniejszyć metodą porcji wg 3.8.3 a) do dwóch próbek o masie po 500 g i przeznaczyć je do oznaczania wilgotności. Po wysuszeniu próbek połączyć je, ponownie wymieszać metodą stożka, stożek rozplaszczyc do równomiernej warstwy o grubości 10 mm i pobierać łyżką metodą porcji, jednakowe ilości pyłu do dwóch lub trzech słoików szklanych z doszlifowanym korkiem po 50 g.

Schemat przygotowania średnich próbek laboratoryjnych pyłów podano na rys. 11.

5.7.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych i spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek. Ze względu na charakter pyłu łatwo utleniającego się, słoiki wypełnić w całości, uszczelnić, a na słoikach umieścić napis z danymi wg 3.8.8. Protokół pobierania i przygotowania próbek spisać wg 3.8.9.

5.8. Szlamy

5.8.1. Charakterystyka postaci. Szlamy stanowią odpady, powstające przy mokrych procesach elektrolitycznych i chemicznych, zawierając ziarenka metali i ich związków.



Rys. 11

ków, inne związki niemetaliczne, często wolny kwas siarkowy i wysoką zawartość wilgoci.

5.8.2. Ogłędziny wstępne partii. Wzrokową ocenę partii przeprowadzić w zakresie podanym w 3.5 oraz w zakresie stopnia zawilgocenia.

5.8.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych. Próbkę pierwotną ze szlamu należy pobierać z beczek lub innych opakowań albo wagonów stosowanych do transportu.

5.8.4. Masa próbki ogólnej podana jest w tabl. 10.

Tablica 10

Masa partii, kg	Masa próbki ogólnej, kg min.
do 5 000	10
powyżej 5 000 do 10 000	20
powyżej 10 000 do 20 000	30

5.8.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej. Próbkę pierwotną z beczek lub bębnow należy pobrać wg 3.7.4 a), a z innego opakowania wg 3.7.4 b). Próbkę ogólną przygotować wg 3.7.5.

5.8.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych. Próbkę ogólną dokładnie wymieszać w szerokim naczyniu — jeśli szlam jest ciastowaty lub na płycie metodą stożka wg 3.8.2 a) — jeśli suchy. Po wymieszeniu metodą porcji przygotować wg 3.8.3 a) dwie próbki o masie po 2 kg i przeznaczyć je do oznaczania sumy zawartości wilgoci i kwasu siarkowego lub tylko wilgoci. Po wysuszeniu i zważeniu obydwie próbki szlamu połączyć i przesiać przez sito o wymiarze oczek 1,02 mm. Odsiew, jeżeli pozostaje na sicie, rozdrobnić w ucieraku mechanicznym lub ręcznie w moździerz stalowym i przesiać po raz drugi przez to samo sito. Nie dające się rozdrobnić części metaliczne zważyć jako metal M_1 . Przesiewy otrzymane z sita o wymiarach oczek 1,02 mm mieszać metodą stożka wg 3.8.2 a), pomniejszyć metodą stożka i kwartowania wg 3.8.3b) do około 500 g. Pomniejszoną próbkę zważyć, przesiać przez sito o wymiarze oczek 0,43 mm, odsiew rozdrobnić. Nie dający się rozdrobnić odsiew zważyć jako metal M_2 . Przed zważeniem metalu M_1 i M_2 usunąć zanieczyszczenia mechaniczne żelaza za pomocą magnezu.

Połączone przesiewy otrzymane z przesiania szlamu przez sito o wymiarach oczek 0,43 mm mieszać na folii wg 3.8.2b), a metodą porcji wg 3.8.3a) przygotować dwie lub trzy próbki laboratoryjne o masie po 30 g.

Z metalu M_1 przygotować dwie lub trzy próbki laboratoryjne po 30 g wg 3.8.5a), a z metalu M_2 wg 3.8.5b) lub wg 3.8.5c) o masie po 20 g.

Zawartość metalu M_I i M_{II} oraz przesiewu P_I obliczyć w procentach wg wzorów

$$M_I = \frac{M_1}{G_1} \cdot 100$$

$$M_{II} = \frac{M_2}{G_2} \cdot \frac{(G_1 - M_1)}{G_1} \cdot 100$$

$$P_I = \frac{P}{G_2} \cdot \frac{(G_1 - M_1)}{G_1} \cdot 100$$

w których:

M_1 — masa metalu o wielkości ziaren powyżej 1,02 mm, g,

M_2 — masa metalu o wielkości ziaren powyżej 0,43 mm, g,

P — masa przesiewu o wielkości ziaren poniżej 0,43 mm, g,

G_1 — masa pomniejszonej próbki ogólnej, z której wydzielono masę M_1 , g,

G_2 — masa próbki pomniejszonej do 500 g, z której wydzielono masę M_2 , oraz masę P , g.

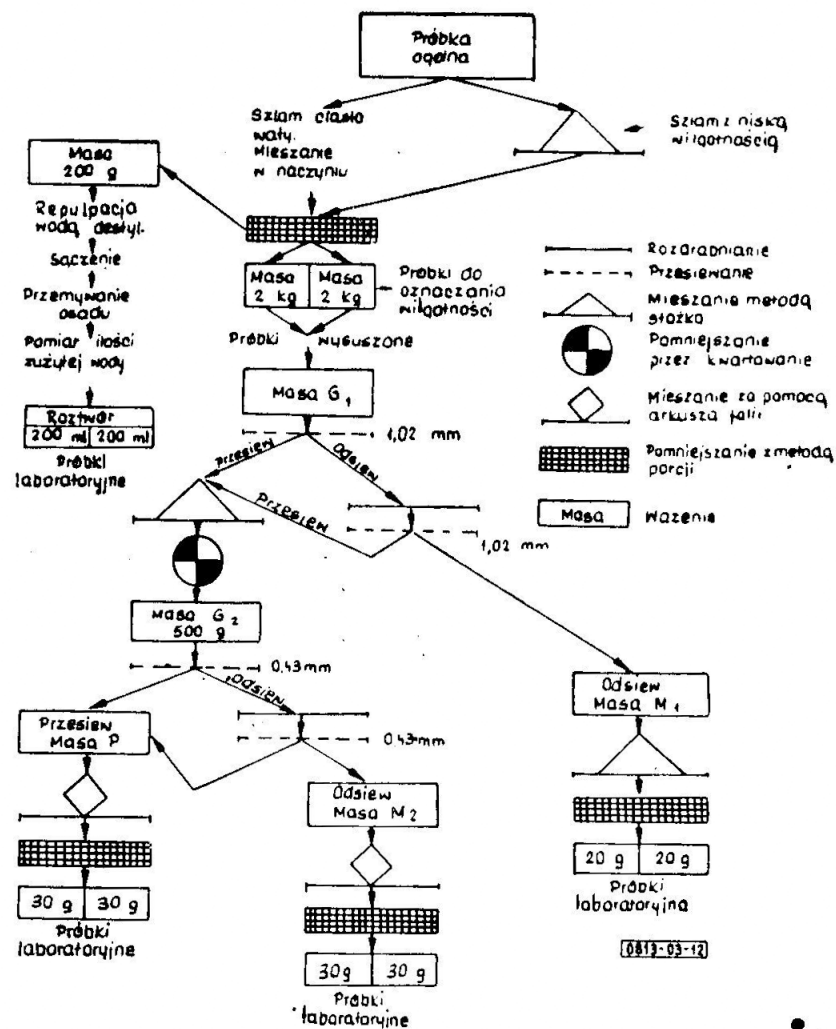
W razie konieczności ustalenia zawartości kwasu siarkowego w szlamie, z próbki ogólnej po jej wymieszeniu przygotować metodą porcji około 200 g szlamu, zważyć go, repul-

pować wodą destylowaną, przesączyć przez średniej gęstości sączek, osad na sączku przemyć kilkakrotnie wodą destylowaną do obojętnej reakcji przesączu. Ilość zużytej wody do repulpacji oraz przemywania należy zmierzyć. Z roztworu odmierzyć do dwóch kolb mierniczych o pojemności 200 ml dwie próbki do oznaczania zawartości kwasu siarkowego.

Schemat przygotowania średnich próbek laboratoryjnych szlamów podano na rys. 12.

5.8.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych i spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek. Próbki metalu oraz przesiewu opakować, opakowanie opisać wg 3.8.8, spisać protokół pobierania i przygotowania próbek wg 3.8.9. W przypadku oznaczania zawartości kwasu siarkowego, dołączyć próbki roztworu przygotowanego wg 5.8.6.

5.9. Opilki i pyły szlifierskie. Pobieranie i przygotowanie próbek — wg BN-75/0813-04.



Rys. 12

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

Wydanie 3 — stan aktualny: kwiecień 1987 — poprawiono błędy i uaktualniono normy związane.

SPIS TREŚCI

1. WSTĘP

- 1.1. Przedmiot normy
- 1.2. Zakres stosowania normy
- 1.3. Określenia
 - 1.3.1. Próbką pierwotną
 - 1.3.2. Próbką ogólną
 - 1.3.3. Średnią próbką laboratoryjną
- 1.4. Normy związane

2. NARZĘDZIA I URZĄDZENIA DO POBIERANIA I PRZYGOTOWANIA PRÓBEK

- 2.1. Narzędzia do pobierania próbek
- 2.2. Narzędzia i urządzenia do przygotowania próbek laboratoryjnych

3. OGÓLNE WYTYCZNE POBIERANIA I PRZYGOTOWANIA PRÓBEK

- 3.1. Kwalifikacje osób pobierających i przygotowujących próbki
- 3.2. Warunki pobierania i przygotowania próbek
 - 3.2.1. Masa partii
 - 3.2.2. Warunki pobierania próbek pierwotnych
 - 3.2.3. Warunki przygotowania średnich próbek laboratoryjnych
 - 3.2.4. Przygotowanie przyrządów i sprzętu do pobierania i przygotowania próbek
 - 3.2.5. Dokładność ważenia
- 3.3. Niejednorodność partii pod względem wymiaru ziaren lub kawałków
- 3.4. Masa próbki ogólnej
- 3.5. Oględziny wstępne partii
- 3.6. Miejsce pobierania próbek
- 3.7. Sposoby pobierania próbek pierwotnych i przygotowania próbki ogólnej
 - 3.7.1. Pobieranie próbek z wagonu lub innego środka transportowego
 - 3.7.2. Pobieranie próbek w czasie załadowania lub wyładowania
 - 3.7.3. Pobieranie próbek przed załadowaniem lub po wyładowaniu
 - 3.7.4. Pobieranie próbek z odpadów w opakowaniach
 - 3.7.5. Przygotowanie próbki ogólnej
- 3.8. Wytyczne przygotowania średnich próbek laboratoryjnych
 - 3.8.1. Rozdrabnianie
 - 3.8.2. Mieszanie
 - 3.8.3. Pomniejszanie
 - 3.8.4. Suszenie i przygotowanie próbek do oznaczania wilgotności
 - 3.8.5. Przygotowanie próbek laboratoryjnych z drobnych części metalicznych, wydzielonych z próbki ogólnej, bez ich topienia
 - 3.8.6. Topienie części metalicznych i oznaczanie uzysku metalu
 - 3.8.6.1. Przygotowanie próbki do topienia z ziaren kawałków niejednorodnego metalu
 - 3.8.6.2. Przygotowanie próbki do topienia i oznaczania uzysku metalu
 - 3.8.6.3. Warunki topienia części metalicznych
 - 3.8.6.4. Odlewanie metalu i oznaczanie uzysku metali
 - 3.8.7. Przygotowanie próbek laboratoryjnych po stopieniu części metalicznych
 - 3.8.8. Opakowanie i przeznaczenie próbek laboratoryjnych
 - 3.8.8.1. Opakowanie próbek
 - 3.8.8.2. Przeznaczenie próbek
 - 3.8.9. Protokół pobierania i przygotowania próbek

4. METODY OZNACZANIA WILGOTNOŚCI

- 4.1. Oznaczanie wilgotności odpadów nie zawierających kwasu siarkowego
- 4.2. Oznaczanie wilgotności odpadów zawierających kwas siarkowy

5. METODY POBIERANIA I PRZYGOTOWANIA PRÓBEK W ZALEŻNOŚCI OD POSTACI ODPADU

- 5.1. Skrzepy
 - 5.1.1. Charakterystyka postaci
 - 5.1.2. Oględziny wstępne partii
 - 5.1.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych
 - 5.1.4. Masa próbki ogólnej
 - 5.1.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej
 - 5.1.6. Metoda przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
 - 5.1.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych oraz spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek
- 5.2. Zgary i popioły
 - 5.2.1. Charakterystyka postaci
 - 5.2.2. Oględziny wstępne partii
 - 5.2.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych
 - 5.2.4. Masa próbki ogólnej
 - 5.2.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej
 - 5.2.6. Metody przygotowania średnich próbek laboratoryjnych
 - 5.2.6.1. Przygotowanie próbek bez oznaczania zawartości zanieczyszczeń mechanicznych żelaza
 - 5.2.6.2. Przygotowanie próbek z jednoczesnym oznaczaniem zawartości zanieczyszczeń mechanicznych żelaza
 - 5.2.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych oraz spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek
- 5.3. Odsiew metaliczny
 - 5.3.1. Charakterystyka postaci
 - 5.3.2. Oględziny wstępne partii
 - 5.3.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych
 - 5.3.4. Masa próbki ogólnej
 - 5.3.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej
 - 5.3.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych
 - 5.3.7. Opakowanie próbek oraz spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek

- 5.4. Popioły
 - 5.4.1. Charakterystyka postaci
 - 5.4.2. Oględziny wstępne partii
 - 5.4.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych
 - 5.4.4. Masa próbki ogólnej
 - 5.4.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej
 - 5.4.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych
 - 5.4.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych oraz spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek
- 5.5. Żużle
 - 5.5.1. Charakterystyka postaci
 - 5.5.2. Oględziny wstępne partii
 - 5.5.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych
 - 5.5.4. Masa próbki ogólnej
 - 5.5.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej
 - 5.5.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych
 - 5.5.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych oraz spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek
- 5.6. Zgorzelina
 - 5.6.1. Charakterystyka postaci
 - 5.6.2. Oględziny wstępne partii
 - 5.6.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych
 - 5.6.4. Masa próbki ogólnej
- 5.6.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej
- 5.6.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych
- 5.6.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych i spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek
- 5.7. Pyły
 - 5.7.1. Charakterystyka postaci
 - 5.7.2. Oględziny wstępne partii
 - 5.7.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych
 - 5.7.4. Masa próbki ogólnej
 - 5.7.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej
 - 5.7.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych
 - 5.7.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych i spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek
- 5.8. Szlamy
 - 5.8.1. Charakterystyka postaci
 - 5.8.2. Oględziny wstępne partii
 - 5.8.3. Miejsce pobierania próbek pierwotnych
 - 5.8.4. Masa próbki ogólnej
 - 5.8.5. Sposób pobierania próbek pierwotnych i przygotowanie próbki ogólnej
 - 5.8.6. Metoda przygotowania średnich próbek laboratoryjnych
 - 5.8.7. Opakowanie próbek laboratoryjnych i spisanie protokołu pobierania i przygotowania próbek
- 5.9. Opilki i pyły szlifierskie
 - Informacje dodatkowe