

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA		BN-75
	Surowce wtórne metali nieżelaznych Wióry sypkie		0813-04
	Pobieranie i przygotowanie próbek oraz metody badań		Grupa katalogowa III 59
Secondary raws of nonferrous metals Dry chips Taking and preparation of samples and methods of testiug	Métiers secondaires des métaux non ferreux Copeaux friables Échantillonnage et préparation des éprouvettes et méthodes d'essais	Вторичное сырье цветных металлов Стружка рассыпная Отбор и приготовление проб, а также методы испытаний	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są sposoby pobierania i przygotowania próbek z sypkich wiórów metali nieżelaznych oraz metody badań.

1.2. Zakres stosowania normy. Norma obowiązuje przy badaniach rozjemczych wiórów sypkich metali nieżelaznych ujętych w PN-65/H-15715 i klasyfikacji ich na podstawie uzyskanych wyników.

1.3. Określenia

1.3.1. Wióry sypkie z metali nieżelaznych i ich stopów - odpady powstające przy obróbce mechanicznej przez cięcie, frezowanie, toczenie, wiercenie itp. w postaci cząstek metalicznych o różnych kształtach i wymiarach, nie skłębających się.

1.3.2. Partia - wg PN-66/H-15715.

1.3.3. Próbką pierwotną - próbka pobrana z jednego miejsca partii.

1.3.4. Próbką ogólną - próbka złożona ze wszystkich próbek pierwotnych, reprezentująca partię.

1.3.5. Średnia próbka laboratoryjna - próbka przygotowana z próbki ogólnej, reprezentująca właściwości partii, przeznaczona do badań.

2. POBIERANIE PRÓBKI OGÓLNEJ

2.1. Pobieranie próbki ogólnej z dostawy luzem. Próbkę ogólną z sypkich wiórów przewożonych luzem (wagonem, samochodem lub innymi środkami transportu) pobiera się podczas załadowania lub wyładowania materiału, odkładając określone ilości wiórów w równych odstępach czasu. Z załadowanego środka transportu próbkę pobiera się z różnych miejsc płaskiej powierzchni załadowanej, rozrzucanych w szachownicę. Próbkę pobierać w zależności od rozdrobnienia wiórów łopatą lub zgłębnikiem wg PN/C-60010 przez całą warstwę zalegania wiórów. Wielkość próbki ogólnej podano w tabl. 1.

Tablica 1

Wielkość partii kg	Wielkość obróbki ogólnej % (około)
do 500	4
powyżej 500 do 2000	2
powyżej 2000	0,5

2.2. Pobieranie próbki ogólnej z dostaw w opakowaniach. Próbkę ogólną z sypkich wiórów dostarczanych w opakowaniach należy pobrać w sposób losowy w zależności od liczby opakowań w partii wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii sztuk	Liczba opakowań do pobierania próbki, sztuk
do 5	2
od 5 do 10	4
od 10 do 15	5
powyżej 15	6

Wióry z wybranych opakowań usypać w postaci stożków, przy czym każdy z nich powinien stanowić wartość jednego opakowania. Próbkę należy pobrać w zależności od rozdrobnienia wiórów za pomocą łopaty w trzech miejscach stożka: u podstawy na $\frac{1}{3}$ i $\frac{2}{3}$ jego wysokości w miejscach równomiernie rozłożonych na obwodzie lub zgłębnikiem zanurzając go przez całą wysokość stożka w trzech miejscach na wierzchołku oraz dwóch punktach leżących na tej samej przekątnej, odległych o $\frac{1}{8}$ długości od brzegów stożka. Wielkość próbki ogólnej należy pobrać wg tabl. 1.

2.3. Pobieranie próbki ogólnej w przypadku widocznej niejednorodności materiału. W przypadku widocznej niejednorodności materiału dla stwierdzenia zgodności z klasą normy przedmiotowej, dopuszcza się pobieranie próbek innymi sposobami.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Górniczo-Hutnicze Metali Nieżelaznych METALE
Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE
dnia 30 kwietnia 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 stycznia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

3. PRZYGOTOWANIE ŚREDNIEJ PRÓBKII LABORATORYJNEJ

3.1. Przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbkę ogólną należy zsytać na czyste miejsce zabezpieczone przed zanieczyszczeniem (np. na płycie żeliwnej), a następnie wymieszać dokładnie przez co najmniej dwukrotne usypanie z niej stożka, każdorazowo w innym miejscu nabierając wióry łopatką na przemian z przeciwnych stron formowanego stożka. Ostatni stożek należy rozplaszczyc i podzielić na cztery symetryczne części, z tych dwie przeciwległe odrzucić, a z dwóch pozostałych uformować nowy stożek. Przez dzielenie, odrzucanie dwóch przeciwległych części i usypywanie kolejnych stożków zmniejszyć próbkę do masy 6 kg. W przypadku, jeśli masa próbki ogólnej wynosi 6 kg próbkę należy tylko wymieszać. Próbkę o masie 6 kg usypaną w stożek, spłaszczyc, podzielić na cztery równe części, jedną odrzucić, a trzy, każdą osobno, umieścić w impregnowanych torebkach papierowych lub szczelnie zamkniętych naczyniach. Jedną próbkę należy przeznaczyć do przeprowadzenia oznaczeń u odbiorcy, drugą na użytek dostawcy, a trzecią do przechowania u odbiorcy do ewentualnych badań rozjemczych.

3.2. Znakowanie średniej próbki laboratoryjnej Każde opakowanie, zawierające próbkę laboratoryjną, powinno być zaopatrzone w dwie etykiety, zawierające następujące dane:

- znak i numer próbki,
- nazwę dostawcy i przyjmującego,
- oznaczenie wiórów wg FN-66/H-15715,
- numer i masę partii,
- datę i miejsce pobierania próbki,
- nazwisko pobierającego próbkę.

Jedną z etykietek należy umieścić wewnątrz, a drugą należy nakleić na zewnętrznej stronie opakowania.

4. METODY BADAŃ

4.1. Oznaczanie zawartości wilgoci i smarów należy przeprowadzić równolegle z dwóch próbek pobranych z wymieszanej uprzednio średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 3.1. Odważone z dokładnością do $\pm 0,5$ g próbki w ilości po 500 g w przypadku wiórów z aluminium i jego stopów lub po 200 g w przypadku wiórów pozostałych metali i ich stopów, należy umieścić w miseczkach porcelanowych lub zlewkach. Następnie zalać czterochlorkiem węgla (CCl_4) w ilości około $1 \text{ cm}^3/\text{g}$ odważki i przemyć przez powolne mieszanie pręcikiem szklanym w czasie $3 \div 5$ min. Zanieczyszczony CCl_4 należy ostrożnie usunąć i próbkę powtórnie przemyć tą samą ilością świeżego rozpuszczalnika. Po usunięciu ostatniej porcji CCl_4 próbkę należy wysuszyć w suszarce w temperaturze $130 \pm 10^\circ\text{C}$ do stałej masy i następnie zważyć z dokładnością do $\pm 0,5$ g.

Zawartość wilgoci i smarów X_1 należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

m - masa próbki przed przemyciem i wysuszeniem, g,

m_1 - masa próbki po przemyciu i wysuszeniu, g.

Za wynik oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń.

Dopuszcza się oddzielne oznaczanie wilgoci i smarów.

3.2. Oznaczanie zawartości mechanicznych zanieczyszczeń niemetalicznych i żelaza. Próbki, w których określono zawartość wilgoci i smarów, należy rozsypać oddzielnie na czystej ceracie, wybrać magnesem cząstki żelaza i zważyć je z dokładnością do $\pm 0,1$ g. Po usunięciu żelaza należy wybrać szczypcami zanieczyszczenia niemetaliczne w postaci drewna, kamieni, papieru, szmat, piaski itp. i zważyć z dokładnością do $\pm 0,1$ g.

Zawartość zanieczyszczeń żelaza X_2 należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_2}{m} \cdot 100$$

w którym:

m_2 - masa cząstki żelaza, g,

m - masa próbki przed przemyciem i wysuszeniem g.

Zawartość zanieczyszczeń cząstkami niemetalicznymi X_3 należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_3}{m} \cdot 100$$

w którym:

m_3 - masa zanieczyszczeń niemetalicznych, g,

m - masa próbki przed przemyciem i wysuszeniem, g.

Za wynik oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń.

3.3. Obliczanie ogólnej zawartości zanieczyszczeń. Ogólną zawartość zanieczyszczeń X obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = X_1 + X_2 + X_3$$

w którym:

X_1 - zawartość wilgoci i smarów, %,

X_2 - zawartość zanieczyszczeń żelazem, %,

X_3 - zawartość zanieczyszczeń niemetalicznych, %.

4.4. Oznaczanie uzysku metalu w wiórach z aluminium i jego stopach. Dwie próbki wysuszone, oczyszczone ze smarów wg 4.1 oraz mechanicznych zanieczyszczeń niemetalicznych i żelaza wg 4.2 należy wprowadzić niewielkimi porcjami do oddzielnych dwóch tygli grafitowych, w których uprzednio stopiono po około 1000 g odważonego z dokładnością ± 1 g aluminium min. 99,5% Al o znanym składzie chemicznym, stanowiącego kąpiel zaczątkową. Następnie w celu uniknięcia strat metalu przez utlenianie podczas topienia, zawartość tygli przykryć warstwą topnika przygotowanego na bazie fluoroków oraz chlorków sodu i potasu o odpowiednim składzie (np. 25% chlorku sodowego, 60% chlorku potasowego i 15% kriolitu). Proces topienia należy prowadzić w górnym zakresie temperatury odlewania podanej w tabl. 3. Po całkowitym stopieniu próbki zawartość każdego tygla należy wymieszać i

nie wyjmując z pieca pozostawić na 2 min w celu odstania metalu. Następnie tygiel wyjąć z pieca, sciągnąć żużel i wlać metal do uprzednio ogrzanej żeliwnej wlewniczki. Po ostygnięciu wlewek należy wyjąć z wlewniczki, oczyścić z żużla i zważyć z dokładnością ± 1 g.

Wzrost metalu X_4 należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_5 - m_4}{m - (m_1 + m_2 + m_3)} \cdot 100$$

w którym:

m_1 - masa próbki po przemyciu i wysuszeniu, g,

m_2 - masa cząstek żelaza, g,

m_3 - masa zanieczyszczeń niemetalicznych, g,

m_4 - masa metalu w tyglu, będąca kąpielą zaczątkową, g,

m_5 - masa otrzymanego metalu odlanego z wlewek, g,

m - masa próbki przed przemyciem i wysuszeniem, g.

4.5. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 3%.

4.6. Przygotowanie próbki do analizy chemicznej

Próbki do analizy chemicznej należy przygotować z dwóch połączonych próbek wiórów pozostałych po oznaczaniu mechanicznych zanieczyszczeń niemetalicznych i żelaza.

Wióry z miedzi, cynku, niklu i ich stopów należy umieścić w tyglu grafitowym, a wióry cyny i ich stopów w tyglu żeliwnym. Po włożeniu wiórów dotyglu należy je w zależności od gatunku metalu lub stopu pokryć warstwą odpowiedniego topnika, w celu uniknięcia strat metalu przez utlenianie podczas topienia. Proces topienia należy prowadzić w głównym zakresie temperatur odlewania podanych w tabl. 3.

Tablica 3

Rodzaj metalu lub stopu	Pokrycia w stosunku do masy próbki, % ¹⁾	Zakresy temperatury odlewania, °C
1	2	3
Miedź Miedź stopowa M96, MN5, MY2, MM2 MC1, MD1, MR, MS MS1, MS2	5	1150-1200
MH		
Mosiądze M060, M059, M058, M063		1050-1100
M63, M70, MF68	5	1100-1150
MC70, M80		1150-1200
MA58, MA67 MM47, MM55, MM56, MM57 MM58	5	1050-1100
MA77, MN65		1100-1150
MK80,		950-1000
LMK60		1050-1100

cd. tabl. 3

Rodzaj metalu lub stopu	Pokrycia w stosunku do masy próbki, % ¹⁾	Zakresy temperatury odlewania, °C
1	2	3
Brązy B10, B101, B103, B476, B555 B663, B525, B1010	5	1050-1100
BA1032, BA93	5	1100-1150
BK331, BK31		1150-1200
Nikiel	10	1550-1600
Nowe srebro		1400-1450
Monel	-	1250-1300
Cynk i stopy cynku	-	450-480
Stopy wysokocynowe L89, L83		380-420
Stopy niskocynowe L16, L6, L10As	-	450-500
Aluminium i stopy aluminium	-	700-720
Stopy magnezu	-	670

1) Topnik stosowany w danym zakładzie.

W czasie topienia nie należy mieszać zawartości tyglu. Po zakończeniu topienia metal należy dokładnie wymieszać przecikiem grafitowym i nie wyjmując z pieca pozostawić przez 2 min w celu odstania metalu. Następnie tygiel wyjąć z pieca, sciągnąć żużel i stopiony metal wlać do uprzednio ogrzanej wlewniczki o kształtach i wymiarach zależnych od rodzaju metalu i metody badania składu chemicznego. Próbkę do analizy chemicznej z wiórów aluminium i jego stopów należy przygotować z wlewka otrzymanego wg 4.4, a w przypadku sprawdzenia składu chemicznego metodami spektralnymi, należy przy oznaczaniu uzysku metalu wg 4.4 dodatkowo odlać próbkę, której kształt i wymiary dostosowane są do wymagań tej analizy. Otrzymany w ten sposób wlewek, oczyszczony dokładnie z żużla, należy nawiercać, frezować lub ciąć w trzech miejscach wzdłuż przekątnych, tak aby nie dopuścić do utleniania się wiórów (masa próbki - około 150 g). Uzyskane wióry należy oczyścić magnezem z ewentualnych zanieczyszczeń żelaza i po wymieszaniu próbkę podzielić na trzy części. Jedną należy przeznaczyć do przeprowadzania analizy chemicznej u odbiorcy, drugą na użytek dostawcy, a trzecią do przechowywania u odbiorcy do ewentualnych badań rozjemczych. Próbki należy umieścić każdą osobno w torebkach papierowych opisanych w sposób pozwalający na jej identyfikację.

4.7. Sprawdzenie składu chemicznego przeprowadzić metodami podanymi w:

PN-72/H-04720 - dla wiórów sypkich z miedzi,

PN-69/H-04740 - dla wiórów sypkich z mosiądzów,

PN-70/H-04745 - dla wiórów sypkich z brązów,

PN-69/H-04780 - dla wiórów sypkich z niklu,
 PN-68/H-04781 - dla wiórów sypkich ze stopów niklu,
 PN-67/H-04800 - dla wiórów sypkich z cynku,
 PN-65/H-04804 - dla wiórów sypkich ze stopów cynku,
 PN-67/H-04790 - dla wiórów sypkich z cyny,

PN-67/H-04791 - dla wiórów sypkich ze stopów cyny,
 PN-68/H-04760 - dla wiórów sypkich z aluminium,
 PN-70/H-04835 - dla wiórów sypkich ze stopów alu-
 miniowych
 lub innymi metodami stosowanymi u odbiorcy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zjednoczenie Gór-
 niczo-Hutnicze Metali Nieżelaznych METALE, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-69/H-15800

- a) ograniczono zakres stosowania normy,
- b) uściślono określenie wiórów sypkich,
- c) zmieniono sposób pobierania próbki ogólnej z dostaw w opakowaniach,
- d) wykreślono oznaczanie zanieczyszczeń tlenkowych,
- e) wprowadzono zmiany w tabl. 3,
- f) oznaczanie uzysku metalu ograniczono do wiórów sypkich z aluminium i stopów aluminium.

Dotychczas obowiązująca PN-69/H-15800 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1976r.

3. Normy związane

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN-72/H-04720 Analiza chemiczna miedzi
 PN-69/H-04740 Analiza chemiczna mosiądzów
 PN-70/H-04745 Analiza chemiczna brązów

PN-68/H-04760 Analiza chemiczna aluminium
 PN-69/H-04780 Analiza chemiczna niklu
 PN-68/H-04781 Analiza chemiczna stopów niklu
 PN-67/H-04790 Analiza chemiczna cyny
 PN-67/H-04791 Analiza chemiczna stopów cyny
 PN-67/H-04800 Analiza chemiczna cynku
 PN-65/H-04804 Analiza chemiczna stopów cynku
 PN-70/H-04855 Analiza chemiczna stopów aluminium
 PN-66/H-15715 Surowce wtórne metali nieżelaznych. Złom poamortyzacyjny i odpady metaliczne
 PN-66/H-15716 Surowce wtórne metali nieżelaznych. Odpady metalurgiczne

4. Normy zagraniczne

ZSRR ГОСТ 17709-72 Стружка цветных металлов и сплавов (сыпучая). Методы отбора проб
 ГОСТ 17710-72 Методы определения механической засоренности металлургического выхода и подготовка проб для анализов

5. Autor projektu normy - Danuta Kula - Centralny Branżowy Ośrodek Normalizacyjny PMN.