

Ferronickelschrot
Probenahme für Analyse
(ISO 8049 : 1988)
Deutsche Fassung EN 28 049 : 1992

DIN
EN 28 049

Diese Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm **ISO 8049**

Ferronickel shot; Sampling for analysis; (ISO 8049 : 1988);

German version EN 28 049 : 1992

Ferro-nickel en grenailles; Échantillonnage pour analyse; (ISO 8049 : 1988);

Version allemande EN 28 049 : 1992

Die Europäische Norm EN 28 049 : 1992 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm enthält unverändert die Internationale Norm ISO 8049, Ausgabe 1988, „Ferronickel shot; Sampling for analysis“.

Sie ist durch die Übernahme von ISO 8049 in eine EN-Norm entstanden.

Im Jahre 1991 ist diese Internationale Norm durch das Erstfragebogenverfahren (PQ-Verfahren) des CEN, dem außer Deutschland alle Mitgliedsländer zugestimmt haben, unverändert als Europäische Norm angenommen worden.

Für die in Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 6352 siehe DIN EN 26 352

ISO 6501 siehe DIN EN 26 501

Zitierte Normen

— in der Deutschen Fassung:

Siehe Abschnitt 2

— in nationalen Zusätzen:

DIN EN 26 352 Ferronickel; Bestimmung des Nickelgehaltes; Gravimetrisches Verfahren mit Dimethylglyoxim; (ISO 6352 : 1985);
Deutsche Fassung EN 26 352 : 1991

DIN EN 26 501 Ferronickel; Spezifikation und Lieferbedingungen; (ISO 6501 : 1988);
Deutsche Fassung EN 26 501 : 1991

Internationale Patentklassifikation

B 23 B 35/00

B 23 B 47/34

B 23 C 3/00

G 01 N 1/00

G 01 N 33/20

Fortsetzung 17 Seiten EN-Norm

Normenausschuß Nichteisenmetalle (FNNE) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

DK 669.15/24-198-492.3 : 620.11

Deskriptoren: Ferrolegerung, Ferronickel, Probenahme, Probe

Deutsche Fassung

Ferronickelschrot
Probenahme für Analyse
(ISO 8049 : 1988)

Ferronickel shot; Sampling for analysis;
(ISO 8049 : 1988)

Ferro-nickel en grenailles; Échantillonnage
pour analyse; (ISO 8049 : 1988)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1992-05-08 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in die Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	2
3 Form und Verpackung des Erzeugnisses	3
4 Prinzip	3
5 Entnahme zunächst der Primärprobe und dann der Zwischenprobe	3
5.1 Gemischte Lose	3
5.2 Sonderfall eines Loses, das aus einer einzigen Schmelze gebildet ist	4
6 Behandlung der Zwischenprobe und Entnahme der Sekundärprobe	4
6.1 Gemischtes Los	4
6.2 Aus einer einzigen Schmelze gebildetes Los	4
7 Umschmelzen der Sekundärprobe	4
8 Verwendung von Minibarren (Sekundär-Einzelproben)	5
Anhang A (informativ) Begründung der Anzahl von Primär- und Sekundär-Einzelproben	6
Anhang B (informativ) Methoden zur Entnahme einer Probe des Umfangs <i>N</i> in einer Lieferung von <i>M</i> Posten	11
Anhang C (informativ) Technische Bedingungen für das Bohren und Fräsen	13

Vorwort

Auf Vorschlag des Zentralsekretariats von CEN, hat das Technische Büro auf Grund der Resolution BT C157/1990 beschlossen, die Internationale Norm

ISO 8049 : 1988 Ferronickelschrot; Probenahme für Analyse

zur formellen Abstimmung vorzulegen.

Diese Europäische Norm EN 28 049 wurde von CEN am 1992-05-08 angenommen und ratifiziert.

Mit dieser Europäischen Norm übereinstimmende nationale Normen müssen spätestens bis zum 1992-11-30 herausgegeben und entgegenstehende nationale Normen spätestens bis zum 1992-11-30 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung, sind folgende Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 8049 : 1988 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Die vorliegende Internationale Norm definiert für Ferronickellose, die in Form von Schrot entsprechend der Festlegung in ISO 6501 vorliegen, für diejenigen Fälle eine Methode der Probenahme für die Analyse, in denen die Lose entweder schmelzenweise oder durch Entnahme vom gemischten Vorrat zusammengestellt werden.

Der Zweck besteht darin, die Gehalte der verschiedenen Elemente zu bestimmen:

- entweder an Rohbarren nach physikalischen Analyseverfahren (z.B. Röntgenfluoreszenzanalyse oder Emissionsspektralanalyse);
- oder an Spänen nach trockenen Methoden (Kohlenstoff, Schwefel) oder mit chemischer Analyse (andere Elemente).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Bestimmungen, die durch Hinweise in diesem Text zu Bestimmungen dieser

Internationalen Norm werden. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung sind die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen werden überarbeitet, und Vertragspartner, deren Übereinkommen auf dieser Internationalen Norm beruht, werden aufgefordert, die Möglichkeit zu untersuchen, die neuesten Ausgaben der unten angegebenen Normen anzuwenden. Mitglieder von IEC und ISO halten Verzeichnisse der jeweils gültigen Internationalen Normen auf dem letzten Stand.

ISO 513 : 1975 Anwendung von Hartmetallen für die spanende Formung; Bezeichnung der Zerspanungs-Hauptgruppen sowie der Anwendungsgruppen

ISO 3855 : 1977 Fräser; Verzeichnis der Benennungen

ISO 4957 : 1980 Werkzeugstähle

ISO 6352 : 1985 Ferronickel; Bestimmung des Nickelgehaltes; Gravimetrisches Verfahren mit Dimethylglyoxim

ISO 6501 : 1988 Ferronickel; Spezifikation und Lieferbedingungen

3 Form und Verpackung des Erzeugnisses

Korngröße: zwischen 2 mm und 50 mm

Menge eines Loses: gleich oder größer als 5 t

Für Lose, die dem gemischten Vorrat entnommen werden, muß der Bereich für den Nickelgehalt von k bis $(k + n) \%$ der gemischten Schmelzen so gewählt werden, daß sich ergibt:

$$15 \leq k \leq 59$$

$$1 \leq n \leq 5$$

$$16 \leq k + n \leq 60^1)$$

Ferronickelschrot wird im allgemeinen in Form von Schüttgut in Einheiten geliefert, die Lastkraftwagen, Container oder Eisenbahnwagen sein dürfen und ein Fassungsvermögen für Massen von üblicherweise 5 t bis 30 t haben; Eisenbahnwagen dürfen allerdings mit Massen bis zu 60 t beladen werden.

Diese Art von Ferronickel kann auch verpackt in Trommeln (deren Fassungsvermögen 250 kg betragen darf) geliefert werden.

4 Prinzip

In einer einzigen Schmelze ist die Homogenität unter den Körnern praktisch gewährleistet. Folglich ist es sehr einfach, eine repräsentative „Primärprobe“ aus einer kleinen Anzahl von „Primär-Einzelproben“ zu erhalten.

Aus einem aus mehreren Schmelzen gebildeten gemischten Los ist eine größere Anzahl von Primär-Einzelprobe N_p zu entnehmen, die jedoch noch insgesamt die Primärprobe darstellen.

Nachdem die Primärprobe gemischt und nach der Masse geteilt wurde, ist eine „Zwischenprobe“ mit einer für die weitere Behandlung im Labor geeigneten Masse zu gewinnen. Die Behandlung der Zwischenprobe führt zu einer „Sekundärprobe“, die in N_s „Sekundär-Einzelproben“ geteilt werden kann, deren individuelle Masse 1 kg nicht überschreitet. Jede Sekundär-Einzelprobe wird dann unter geeigneten Bedingungen so umgeschmolzen, daß keine Änderung der Zusammensetzung beobachtet werden kann und daß N_s homogene Minibarren²⁾ gewonnen werden (homogen innerhalb des Minibarrens).

Die Minibarren werden dann entweder für die physikalisch-chemische Analyse verwendet oder zu Spänen für die chemische Analyse verarbeitet. (Dieses Verfahren wird im Bild A.1 zusammengefaßt.)

5 Entnahme zunächst der Primärprobe und dann der Zwischenprobe

5.1 Gemischte Lose

5.1.1 Schüttgutprobenahme nach einem zur Entnahme der Primärprobe geeigneten Verfahren

Die Probenahme kann zum Beispiel durch Ausleeren der Schrot-Teilchen in einen Bunker und ihre Rückführung mittels eines Förderbands erfolgen. Bei der Förderbandentladung gibt es zwei Möglichkeiten:

- Es existiert ein Probenahmesystem, das die Regeln der Probenahmetechnik für teilchenförmiges Material exakt berücksichtigt (z.B. ein Probenahmegerät, das den Schrotstrom durchquert).
- Es sind Einzelproben in regelmäßig unterteilten Intervallen mit einem Löffelbagger mit Schöpfereinrichtung zu entnehmen, der den Schrotstrom auf repräsentative Art und Weise unterbricht.

Die Masse jeder Primär-Einzelprobe darf in diesem Fall nicht kleiner als 20 kg sein und liegt im allgemeinen zwischen 20 kg und 50 kg.

Die Anzahl der auszuwählenden Primär-Einzelproben N_p wird in Tabelle 1 angegeben.

Die Primärprobe muß dann nach ihrer Masse in kleinere Einheiten unterteilt werden, so daß eine Zwischenprobe mit einer Masse gewonnen wird, die für das Verschicken an das Labor für die weitere Verarbeitung angemessen ist, z.B. 20 kg bis 50 kg.

Dies ist mit automatischen Masse-Teilgeräten (z.B. rotierende Teilgeräte) einer für die Teilchengröße des zu behandelnden Produkts geeigneten Größe erreichbar.

Ist kein derartiges Teilgerät vorhanden, kann das Teilen durch abwechselndes Schaufeln vom Vorrat der Primärprobe durchgeführt werden. Als Vorsichtsmaßnahme gegen Schüttverlust beim Schaufeln empfiehlt sich die Benutzung einer Schaufel in Löffelform oder wie sie im Kohlebergwerk verwendet wird.

Es wird z.B. maximal jede fünfte volle Schaufel entnommen, und diese Teilung wird so viele Male wiederholt, bis die gewünschte Probemasse von 20 kg bis 50 kg erreicht ist.

5.1.2 Probenahme von Schüttgut, wenn kein geeignetes Verfahren für die Primärprobenahme verfügbar ist

In diesem Fall ist durch abwechselndes Schaufeln von jeder zu untersuchenden Einheit (Lastkraftwagen, Eisenbahnwagen, Container usw.) die Probenahme von Hand durchzuführen. Die Anzahl der zu untersuchenden Einheiten ist die Anzahl N_p in Tabelle 1 oder die Gesamtanzahl der Einheiten, wenn sie kleiner ist als $N_p^3)$.

Die Probenahme kann z.B. beim Entladen eines 20-t Lastkraftwagens auf die Erde folgendermaßen ablaufen:

- Die Gesamtmenge von 20 t ist so mit einer Schaufel durchzuarbeiten, daß jede fünfte volle Schaufel reserviert wird.
- Von den erhaltenen 4 t ist jede fünfte volle Schaufel zu reservieren.
- Von den erhaltenen 800 kg ist jede fünfte volle Schaufel zu reservieren.
- Von den erhaltenen 160 kg ist jede fünfte volle Schaufel zu reservieren.
- Die so gewonnenen 32 kg sind an das Labor zu schicken.

In diesem Beispiel wird eine Zwischenprobe für die untersuchte Einheit gewonnen.

Falls im selben Los mehr als eine Einheit untersucht wird, können Zwischenproben in jeder Einheit gemischt und eine Masse-Teilung erneut durchgeführt werden, bis eine für das Los repräsentative Zwischenprobe gewonnen wird. Hierbei kann die Masse der Zwischenprobe auf 10 kg bis 20 kg verringert werden.

¹⁾ Der Fall nicht-gemischter Lose (Fall $n \leq 1$) wird in dieser Internationalen Norm nicht erfaßt.

²⁾ Es wird allgemein angenommen, daß in einem Laborofen maximal eine Masse von 1 kg unter den geforderten Bedingungen umgegossen werden kann. Entsprechend der Korngrößenverteilung des Schrots ist es häufig notwendig, daß die Sekundärprobe 1 kg überschreitet, um repräsentativ zu sein. Daraus folgt die Notwendigkeit des Erschmelzens mehrerer kleiner Barren. Siehe statistische Begründung im Anhang A.

³⁾ Es können die Regeln für die Stichprobenahme aus Anhang B angewendet werden.

Tabelle 1. Mindestanzahl der auszuwählenden Primär-Einzelproben

Anzahl der Primär-Einzelproben N_p	Menge	Bereich des Nickelgehalts n				
		$n < 1$	$1 \leq n < 2$	$2 \leq n < 3$	$3 \leq n < 4$	$4 \leq n \leq 5$
	5 bis 50	5	10	15	20	30
	50 bis 200	7	12	17	22	35
	200 bis 500	10	15	20	25	40
	500 bis 2500	15	20	25	30	45
Anzahl der Sekundär-Einzelproben $N_s^{1)}$		1	2	3	4	5

¹⁾ Gibt nach der Annahme von 1 kg je Minibarren die Anzahl der Minibarren an, die umzuschmelzen sind.
(Wenn maximal eine Masse von $1/x$ kg umgeschmolzen werden kann, ist die Anzahl der umzuschmelzenden Minibarren $x \cdot N_s$.)

5.1.3 Probenahme eines trommelverpackten Loses

Die Anzahl der Trommeln, von denen Einzelproben zu entnehmen sind, ist die Anzahl N_p in Tabelle 1 oder Gesamtanzahl der Trommeln, falls diese kleiner ist als N_p ⁴⁾.

Aus jeder ausgewählten Trommel ist mindestens 1 kg Schrot oder wenn gefordert, mehr als 1 kg zu entnehmen, um eine Masse über 20 kg, im allgemeinen zwischen 20 kg und 50 kg zu erhalten.

Wenn vorausgesetzt wird, daß der Inhalt jeder Trommel homogen ist, darf die Probe aus dem oberen Bereich der Trommel entnommen werden. Trifft diese Voraussetzung nicht zu, sind die Trommeln auszuleeren, und die Probe ist durch abwechselndes Schaufeln zu entnehmen.

5.2 Sonderfall eines Loses, das aus einer einzigen Schmelze gebildet ist

Da die Homogenität unter den Körnern gesichert ist, reicht es aus, die Mindestmenge des Materials für das Umschmelzen zu Minibarren (z. B. 1 kg) zu entnehmen.

Um eine angemessenere Sicherheit zu erhalten, kann eine kleine Anzahl von Primärproben, z. B. 3 bis 5, (entweder durch Schüttgutprobenahme oder Probenahme aus Trommeln) entnommen, danach gemischt und nach der Masse geteilt werden, um eine Zwischenprobe von 5 kg bis 10 kg zu gewinnen.

Falls vorausgesetzt wird, daß das Los nicht aus einer einzigen Schmelze besteht, ist eines der in 5.1 beschriebenen Verfahren anzuwenden.

6 Behandlung der Zwischenprobe und Entnahme der Sekundärprobe

Dies wird im allgemeinen in der Probenahmeabteilung des Labors durchgeführt.

6.1 Gemischtes Los

Die Zwischenprobe wird gemischt, anschließend nach ihrer Masse vorzugsweise mit einem Riffelteilgerät mit entsprechenden Maßen⁵⁾ oder, wenn kein Riffelteilgerät vorhanden ist, durch abwechselndes Schaufeln geteilt, bis eine Masse vorliegt, die gleich oder etwas größer als die in der letzten Zeile von Tabelle 1 angegebene Masse ist. In der Tabelle ist N_s die Anzahl der umzuschmelzenden

Minibarren, wenn 1 kg des Materials in einem Arbeitsgang geschmolzen werden kann. (Falls Massen von $1/x$ kg zu schmelzen sind, beträgt die Anzahl der umzuschmelzenden Minibarren $x \cdot N_s$).

Die durch die oben genannte Regel definierte Masse ist die umzuschmelzende und für eine repräsentative Analyse zu verwendende Masse. Wenn eine Probenahme zurückgewiesen wird oder eine zweite nicht geschmolzene Sekundärprobe aufzubewahren ist, muß zum Zeitpunkt des Masse-Teilens die entsprechende Materialmenge beiseite gelegt werden.

6.2 Aus einer einzigen Schmelze gebildetes Los

Um repräsentativ zu sein, muß ein Minibarren mit einer Masse von 250 g bis 1000 g gewonnen werden. Das wird durch Mischen und Masse-Teilung der Zwischenprobe erreicht, die nach 5.2 gebildet wurde, bis die für das Umschmelzen erforderliche Masse vorliegt.

7 Umschmelzen der Sekundärprobe

Das Umschmelzen muß unter Bedingungen erfolgen, unter denen während des Schmelzens oder Gießens der Endprobe (Rohbarren, Ronden oder Minibarren) keine Veränderung des Gehalts (entweder von Ni oder den zu prüfenden Verunreinigungen) auftritt.

In der Praxis muß das Schmelzen, damit es rasch durchzuführen ist, durch Induktionserhitzung erfolgen; im allgemeinen ist ein Schutz durch Argon erforderlich. Die geschmolzene Probe kann im Schmelztiegel abgekühlt werden und erstarren, vorausgesetzt, es wird Argon als Schutzgas verwendet. Es ist jedoch wesentlich vorteilhafter, nach dem Schmelzen Schleuderguß anzuwenden. Dieses Verfahren gewährleistet

- eine hervorragende Homogenität der Probe infolge des Mischens des geschmolzenen Metalls während seines Einspritzens in die Gießform;

⁴⁾ Im allgemeinen wird die Trommelverpackung für Lose geringer Mengen angewendet. Deshalb trifft in den meisten Fällen die erste Zeile in der Tabelle zu.

⁵⁾ Die Breite des Durchschlags muß mindestens das Dreifache des mittleren Durchmessers des größten Schrotteilchens betragen.