УДК 622.355.II

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
Донецкого научно-
исследовательского
института черной
металлургии

Ю.И.Бать
24.II.89

РУКОВОДЯЩИЙ НОРМАТИВНЫЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОТБОРУ И ПОДГОТОВКЕ ПРОБ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ ИЗВЕСТНЯКОВ ФЛЮСОВЫХ

РД
I4-I6-I-89

ОКСТУ

Настоящий руководящий нормативный документ устанавливает методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги известняков флюсовых.

Методы, приведенные в настоящем документе, применяются у изготовителя при отгрузке и у потребителя при поступлении продукции.

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.I. Отбор и подготовку проб для химического анализа и определения содержания влаги известняков флюсовых производят по настоящему нормативному документу.

I.2. Отбор проб известняка производят в процессе погрузки и разгрузки транспортных сосудов, при формировании штабелей, наполнении бункеров и складов или опорожнении штабелей, и складов.

I.3. Контроль качества известняков флюсовых производят по результатам химического анализа объединенной пробы, отобранной от партии.

gost.e-ecolog.ru

I.4. Отбор и подготовку проб для химического анализа производят от каждой партии известняка.

I.5. Минимальное количество объединенных проб, отбираемых от партии известняка, равно частному от деления массы данной партии на массу известняка, от которой одну объединенную пробу отбирают. Масса известняка, от которой отбирают одну объединенную пробу – по ОСТ I4 63-80 и ОСТ I4 64-80. Если полученное число окажется дробным, его округляют до большего целого числа.

I.6. Максимально допустимое содержание влаги в известняке и периодичность ее определения устанавливают, согласно ОСТ I4 63-80 и ОСТ I4 64-80, по соглашению изготовителя с потребителем.

I.7. Отбор проб производят равномерно от всей массы партии механизированным или ручным методами.

I.8. Обычные и усредненные доломитизированные известняки классифицируются настоящим документом как однородные по содержанию полезных и балластных компонентов (среднее квадратическое отклонение содержания данных компонентов $\sigma \leq 1{,}3$ %), а неусредненные доломитизированные известняки – как неоднородные по содержанию окиси магния ($\sigma > 1{,}3$ %).

Расчет среднего квадратического отклонения (σ) – по ГОСТ I5054-80

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n} \sum (x_i - \bar{x})}, \ \%$$

где x_i – массовая доля компонента в i-й пробе, отобранной от партии известняка ($i = 1,2,\ldots, n$), %;

$\bar{x}$ – средняя арифметическая массовой доли компонента в партии известняка, %.

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_i \ , \ \%.$$

Периодичность контрольного определения неоднородности флюсовых известняков в партии по содержанию полезных и балластных компонентов – не менее одного раза в год.

I.9. Предел допускаемой погрешности опробования однородных известняков равен максимальному пределу погрешности для методики выполнения химического анализа, указанному в ОСТ I4 63-80 и ОСТ I4 64-80; при опробовании неоднородных известняков – равен удвоенной величине данного показателя.

При получении у потребителя отклонения от данных химического анализа, указанных в документе о качестве, не превышающего предела допускаемой погрешности, за окончательный результат принимаются данные документа о качестве.

2. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

2.I. Минимальную массу точечной пробы, отбираемую от потока известняка механизированным способом (m_1), вычисляют по формуле

$$m_1 = \frac{Q \cdot b}{3{,}6 \cdot v} \ , \ кг \qquad (I)$$

где Q – производительность потока известняка, т/ч;

b – ширина щели пробоотсекающего устройства, м;

v – скорость движения пробоотсекающего устройства, м/с.

2.2. Минимальную массу точечной пробы, отбираемую с поверхности остановленного конвейера (m_2) механизированным методом, вычисляют по формуле

$$m_2 = \frac{h \cdot b_1}{2} \cdot 3 \cdot d_{max} \cdot \rho \ , \ кг \qquad (2)$$

где h – высота слоя известняка в средней части ленты, м;

b_1 – ширина слоя известняка, м;

d_{max} – размер максимального куска, м;

ρ – насыпная масса известняка, кг/м^3.

2.3. Минимальная масса точечной пробы, отбираемая ручным методом с конвейера, из железнодорожных вагонов и штабелей, приведена в табл. I.

Таблица I

Размер максимального куска известняка, мм	Масса точечной пробы, кг, не менее	
	для обычного известняка	для доломитизированного упрелненного и неусредненного известняка
20	0,4	0,2
50	0,6	0,3
80	I,0	0,4
I30	I,4	0,4
I60	2,0	0,5

2.4. Отбор точечных проб механизированным или ручным методом с конвейера производят через равные промежутки времени (t) или после прохождения определенной массы известняка (m_3)

$$t = \frac{60 \cdot M}{Q \cdot n}, \text{ ч}; \qquad (3)$$

$$m_3 = \frac{M}{n}, \text{ т}, \qquad (4)$$

где M – масса известняка, от которой отбирают одну объединенную пробу, т;

Q – производительность потока известняка, т/ч;

n – количество точечных проб, составляющих объединенную пробу.

2.5. Минимальное количество точечных проб, отбираемых механизированным или ручным методами с конвейера, приведено в табл.

Таблица 2

Масса известняка, от которой отбирают одну пробу, т	Количество точечных проб, шт, не менее	
	для обычного известняка	для доломитизированного усредненного и неусредненного известняка
До 650	4	I6
свыше 650 до 900	5	20
свыше 900 до I500	6	24

Примечание. По соглашению изготовителя и потребителя допускается увеличение массы известняка, от которой отбирают одну объединенную пробу, т.е. масса объединенной пробы может быть отобрана от партии массой более I500 т. При этом количество точечных проб для обычного и доломитизированного известняка увеличивается соответственно на I и 4 пробы на каждые 600 т сверх I500 т.

2.6. При ручном методе отбора из железнодорожных вагонов одна точечная проба отбирается:

от обычного известняка – с каждого третьего вагона;

от доломитизированного усредненного и неусредненного известняка – с каждого вагона.

При ручном методе отбора при погрузке известняка в бункер или формировании штабеля отбирается не менее двух точечных проб в смену в точках, предусмотренных схемой контроля качества продукции.

2.7. В случае, когда обычные известняки являются неоднородными по содержанию полезных и балластных компонентов ($\sigma > 1{,}3$ %), то количество точечных проб, отбираемых с конвейера, удваивается, а также отбирается одна точечная проба с каждого вагона.

2.8. Объединенная проба из бункера или штабеля должна быть не менее 0,003 % от величины опробуемой массы известняка. При однородном вещественном составе допускается сокращение массы объединенной пробы до величины не менее 0,02 %.

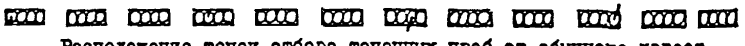
2.9. Минимальное количество и масса точечных проб могут быть увеличены, но не могут быть уменьшены.

2.10. Отбор проб ручным методом с конвейера производится на перепаде при движущемся конвейере или же с остановленного.

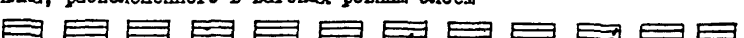
2.11. *Отбор проб ручным методом из железнодорожных вагонов* производится на расстоянии не менее 0,5 м от борта вагона определенным порядком, приведенным на схеме.

Схема отбора точечных проб
ручным методом из вагонов

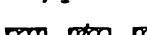
Расположение точек отбора точечных проб от обычного известняка, расположенного в вагонах в виде конусов



Расположение точек отбора точечных проб от обычного известняка, расположенного в вагонах ровным слоем



Расположение точек отбора точечных проб от доломитизированного известняка, расположенного в вагонах в виде конусов



Расположение точек отбора точечных проб от доломитизированного известняка, расположенного в вагонах ровным слоем



2.12. При расположении известняка в вагонах в виде конусов, отбор точечных проб производится с поверхности выступающей части конуса. Точки отбора при этом по возможности располагают по образующей конуса, сдвинутой примерно на $(40 \pm 10)^{\circ}$ по отношению к длинной оси вагона на высоте, не превышающей 2/3 высоты

2.I3. При отборе проб известняка во время перегрузок цикличнo действующими механизмами (ковшами, грейферами и др.), точечные пробы должны отбираться вручную из мест взятия или высыпания известняка без выкапывания лунок, с периодами ($Ч$) через установленное число рабочих циклов погрузочного механизма, которое вычисляют по формуле

$$Ч = \frac{M}{n \cdot m_ч}, \qquad (5)$$

где $Ч$ – количество циклов погрузочного механизма, после которых производится отбор одной точечной пробы, шт;

M – масса известняка, от которой отбирают одну объединенную пробу, т;

n – количество точечных проб, составляющих одну объединенную пробу, шт;

$m_ч$ – масса известняка, перемещаемая за один цикл погрузочного механизма, т.

2.I4. Отбор проб из штабелей (к ним относятся известняки на складах и в речных судах) производят при невозможности опробования в процессе перегрузки.

Штабель разбивают на квадраты, в каждом из которых должно быть известняка массой не более, чем указано в ОСТ I4 63–80 и ОСТ I4 64–80.

Отбор точечных проб из штабеля известняка производится путем забора экскаватором на всю высоту черпания. Отобранный известняк откладывается на приготовленную площадку для взятия требуемой массы точечной пробы.

В случае необходимости допускается отбор проб в каждом квадрате штабеля шахматным порядком на уровне I/3 высоты штабеля без выкапывания лунок.

Допускается отбор проб согласно п.4.2.4. ГОСТ 15054-80.

2.15. При отборе точечных проб ручным методом осуществляется откалывание от известняка крупностью свыше 100 мм представительных кусочков размером (10-30) мм.

2.16. Докучаевскому флюсо-доломитному комбинату допускается отбор и подготовка проб флюсовых известняков по инструкции, утвержденной главным инженером комбината и согласованной с основным потребителем.

2.17. Отбор точечных проб при входном контроле у потребителя допускается производить из вагонов с помощью грейферного пробоотборника. Масса точечной пробы должна быть не менее величин, указанных в табл. 1.

Отбор точечной пробы производится с поверхности усеченного конуса, высота которого должна быть не менее 1/3 высоты полного конуса. Из каждого вагона отбирается не менее одной точечной пробы.

3. АППАРАТУРА

3.1. Механизмы для отбора проб флюсовых известняков должны удовлетворять следующим требованиям:

пробоотбирающее устройство должно полностью, с постоянной скоростью и в равные промежутки времени, пересекать весь поток однородного (по марке, крупности) известняка или его часть при условии, что пробоотборники являются кратными делителями;

емкость пробоотбирающего устройства должна быть достаточна для отбора всей массы точечной пробы за одну отсечку или при неполном заполнении (оптимально на 3/4 объема), а ширина щели между отсекающими краями – не менее трех диаметров максимального куска известняка;

конструкция пробоотборника должна быть доступна для очистки, проверки и регулирования.

3.2. Для ручного отбора проб применяются: совок (приложение I ГОСТ I5054-80), молоток, щуп (приложение 2 ГОСТ I5054-80), пробоотсекающую раму.

3.3. При подготовке проб применяют отечественное и импортное оборудование:

дробилки, мельницы и истиратели, соответствующие размерам частиц и механической прочности известняка;

набор сит с размерами отверстия сеток, соответствующими крупности дробления и измельчения;

делители механические и ручные;

шкаф сушильный, обеспечивающий температуру сушки не менее $(105 \pm 5)^{0}C$;

весы, обеспечивающие случайную погрешность измерения не более $\pm$ 0,5 % от массы взвешиваемого груза.

3.4. Перед началом отбора проб все механизмы и пробоприемные устройства должны быть подготовлены, очищены и отрегулированы.

4. ПОДГОТОВКА ПРОБ

4.I. Объединенная проба, составленная из соответствующего числа точечных проб, нумеруется в соответствии с принятой у изготовителя системой учета и доставляется в помещение для подготовки проб, где ее подвергают немедленной обработке.

4.2. Для определения содержания влаги из объединенной пробы отбирают часть массой не менее 0,3 кг, додробленной до крупности, не превышающей (I0-20) мм, помещают в плотно закрытый сосуд и затем направляют в лабораторию или ОТК. Время хранения данной пробы – не более 8 часов.

4.3. Остаток объединенной пробы (после отбора от нее части для определения содержания влаги) подготавливают для химического анализа.

Первичное дробление пробы осуществляется до крупности (0–10) мм, затем – усреднение и сокращение до получения массы не менее 0,2 кг.

При сокращении пробы ручным способом следует применять следующие методы: конусование и квартование, сокращение и квадратование.

После сокращения проба массой не менее 0,2 кг измельчается до конечной крупности для химического анализа, составляющей не более 0,2 мм. Затем измельченная проба просеивается через сито с отверстиями, соответствующими конечной крупности, принятой на данном флюсодобывающем предприятии, но не превышающими 0,2 мм.

Металлические частицы, загрязняющие пробу, удаляются магнитом.

Из данной массы готовят две пробы, одну направляют в лабораторию, вторую хранят не менее 1 месяца на случай арбитражного анализа.

4.4. Если при дроблении, измельчении и сокращении проба залипает, то, после выделения из нее пробы для определения содержания влаги, ее необходимо высушить при температуре не выше (105–110)°С или (150 ± 5)°С до постоянной массы.

4.5. Детальная схема подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги приводится в соответствующей инструкции изготовителя флюсовых известняков, утвержденной в установленном порядке.

5. УПАКОВКА И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

5.1. Каждую пробу для химического анализа, помещенную в пакет или банку, регистрируют в специальном журнале. На этикетке пакета или банки должны быть указаны: наименование материала и номер пробы, место и время отбора и подготовки пробы, фамилии пробоотборщиков и пробораздельщиков.

5.2. Журнал регистрации проб для химического анализа должен содержать следующие данные:

наименование известняка и номер пробы;

номер партии, от которой отобрали пробу; место и время отбора и подготовки пробы;

фамилии пробоотборщиков и пробораздельщиков;

номер настоящих методических указаний.

Горный филиал Всесоюзного
института огнеупоров
(ГФ ВИО)
Директор Ю.И.Березной

Руководитель темы,
заведующий лабораторией И.В.Андрющенко

СОГЛАСОВАНО

Главное управление металлургического производства Министерства металлургии СССР

Заместитель начальника — А.А.Павлов

Письмо от 06.10.89 № 01-4-90

Главное производственно-технологическое управление ферросплавного производства Министерства металлургии СССР

Главный инженер — В.А.Матвиенко

Письмо от 04.10.89 № 04-65/7

Концерн "Рудпром" Министерства металлургии СССР

Главный инженер — А.И.Сухорученк

Письмо от 13.11.89 № 05-7-3

П Е Р Е Ч Е Н Ь

документов, на которые имеются ссылки в тексте РД

Обозначение	Наименование
ГОСТ 15054-80	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги
ОСТ 14 63-80	Известняки флюсовые для доменного производства. Технические условия
ОСТ 14 64-80	Известняки флюсовые для сталеплавильного и ферросплавного производства. Технические условия

gost.e-ecolog.ru