

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2509-88
ISO 2309-80**

**COQUE. MUESTREO Y
PREPARACION DE MUESTRAS.**



TRAMITE

COMISION TECNICA CTXIV: CARBON

COORDINADOR: ING. INES CONDE

PARTICIPANTES

ENTIDAD

ALCASA

CICASI

FOSVEN

SIDOR

REPRESENTANTE

JOSE SANTAMARIA

MICHAEL BESSTING

ROQUE LUONGO

NIEVES LEOMBRUNO

FECHA DE APROBACION POR LA COMISION: 26-02-88

FECHA DE APROBACION POR LA COMISION DE ADOPCION: 13-05-88

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 01-06-88

INTRODUCCION

ISO (Organización Internacional para la Normalización) es una Federación a nivel mundial de Institutos de Normalización Nacional (miembros ISO). El trabajo de desarrollar Normas Internacionales es llevado a cabo a través de Comités Técnicos ISO. Cada Instituto interesado en una materia, en la cual se ha autorizado un Comité Técnico tiene el derecho de estar representado en dicho Comité. Organizaciones Internacionales, gubernamentales y no gubernamentales, conjuntamente con la ISO, también toman parte en el trabajo.

Los esquemas de Normas Internacionales adoptados por los Comités Técnicos son circulados a las Instituciones para su aprobación, antes de su aceptación como una Norma Internacional por el Consejo ISO.

La Norma Internacional ISO 2309 fue desarrollada por el Comité Técnico ISO/TC27, Mineral Sólido Combustible. La primera edición (ISO 2309-1973) fue aprobada por los Institutos miembros de los siguientes países:

AFRICA DEL SUR	INDIA
ALEMANIA FEDERAL	IRAN
AUSTRALIA	IRLANDA
CANADA	NUEVA ZELANDIA
CHECOSLOVAQUIA	POLONIA
DINAMARCA	PORTUGAL
EGIPTO	REINO UNIDO
ESPAÑA	RUMANIA
ESTADOS UNIDOS	SUECIA
	SUIZA
	TURQUIA
	U.R.S.S.
	YUGOSLAVIA

Las Instituciones miembros de los siguientes países expresaron desaprobación al documento por razones técnicas:

BELGICA

FRANCIA

Esta segunda edición, reemplaza a la ISO 2309-1973, se incorpora al Anteproyecto apéndice 1, el cual fue circulado a los Institutos miembros en Abril de 1978.

Este Anteproyecto apéndice ha sido aprobado por los Institutos miembros de los siguientes países:

AFRICA DEL SUR	INDIA	ESPAÑA
ALEMANIA FEDERAL	IRAN	TURQUIA
AUSTRALIA	JAPON	U.S.A
AUSTRIA	MEXICO	U.S.R.R.
BELGICA	POLONIA	YUGOSLAVIA
CANADA	REINO UNIDO	
EGIPTO	RUMANIA	

Ningún miembro expresó desaprobación al documento.

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana da las directrices prácticas para:

- a.- El muestreo de coque metalúrgico del cual se ha retirado el polvo. Para la determinación de cualquier propiedad para rutina y propósitos especiales.
- b.- El muestreo de polvo de coque o coque de tamaño nominal menor o igual que 20 mm.
- c.- Preparación de una muestra húmeda y de una muestra de laboratorio para la determinación de ceniza y otras propiedades.

Esta Norma Venezolana no establece los métodos de ensayo para determinar propiedades del coque.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 2508-88 Coque. Determinación del contenido de humedad total.
ISO 579-81

COVENIN 1669-80 Carbón. Vocabulario.

COVENIN 1268-82 Carbón. Muestreo y preparación de muestras.

3 GENERAL

3.1 TEORIA

La base teórica general sobre la cual está basada el muestreo de coque es en gran medida similar a la del carbón.

Esta materia es extensivamente discutida en la Norma Venezolana COVENIN 1268 y las secciones relevantes no son por lo tanto reproducidas. Deben referirse a la Norma Venezolana COVENIN 1268 para los siguientes detalles de los métodos de chequeo.

- a.- La precisión del muestreo por muestreo doble.
- b.- El error de preparación de la muestra.

c.- La presencia de desviaciones.

Como el aparato de muestreo automático es común al carbón y coque deben referirse a la Norma Venezolana COVENIN 1268 para detalles de su aplicación.

El problema de establecer instrucciones de muestreo simple para operadores es una característica común para carbón y coque, deben referirse a las sugerencias dadas en la Norma Venezolana COVENIN 1268 sobre este aspecto.

Mientras que hay varias teorías de muestreo, se reconoce que algunas son más adecuadas que otras para su aplicación en circunstancias particulares. Ninguna teoría ha sido probada hasta ahora de ser satisfactoria en todas las circunstancias. Por esta razón esta Norma está basada en experiencias prácticas incluyendo un volumen sustancial de datos experimentales recolectados de varios países.

Esta Norma Venezolana especifica métodos de muestreo que deben cubrir todos los problemas de muestreo que pueden ser encontrados en el comercio internacional. Ha sido necesario, por lo tanto describir un gran número de métodos alternativos con el resultado de un documento demasiado largo y complicado para ser manejado directamente por un operador de muestreo.

Esto debe ser leído por el ingeniero o supervisor responsable del muestreo. Es importante que el operador de muestreo reciba instrucciones sencillas y fáciles de entender con una sola interpretación. El supervisor de muestreo a partir de la información dada en esta Norma debe preparar por escrito las instrucciones.

3.2 MUESTRAS PARA HUMEDAD, ENSAYOS FISICOS Y CENIZAS.

Las muestras para humedad y ensayos físicos se deben tomar separadamente o como una sola muestra que luego se divide en dos. En esta Norma una muestra que se toma para la determinación de humedad (y posiblemente también para análisis general) se refiere como una muestra de humedad, una muestra que se toma para ensayos físicos solamente se refiere como una muestra física. Si una muestra sencilla se toma para la determinación de humedad y para ensayos físicos se refiere como una muestra común.

En la mayoría de los casos la muestra de análisis general será preparada partir de la muestra de humedad, pero sin embargo es apropiado tomar una muestra para la determinación de ceniza solamente, tal muestra se refiere como una muestra de ceniza. Una muestra de ceniza no se debe usar para la determinación de humedad.

3.3 ORGANIZACION DEL PLAN DE MUESTREO

Cuando ha sido decidida la precisión requerida para una cantidad dada de coque, el número de incrementos a ser tomados se debe determinar como se describe en el capítulo 5. El peso de cada incremento debe ser determinado como se describe en el capítulo 6.

3.3.1 Consignación sencilla

Si el coque a ser muestreado es a partir de una consignación aislada, el número requerido de incrementos, cada uno de masa apropiada, se debe tomar de la consignación como se describe en el capítulo 7, pero si se desea confirmar esto se debe aplicar el procedimiento de muestreo doble descrito.

3.3.2 Consignaciones regulares

Si el coque a ser muestreado es parte de una serie regular de envíos de una misma fuente, o parte de una misma producción, la precisión requerida será generalmente relacionada a un cierto período, por ejemplo, el promedio semanal puede ser requerido con una precisión de ± 1 en términos de porcentaje de humedad. El coque manejado durante el período se considera compuesto de un número de unidades de coque, por ejemplo, la producción de un turno, la producción de un día, una carga de un vagón. Las unidades se pueden fijar a voluntad. Cuando se muestrea desde una corriente de material, hay dos métodos posibles de preparar la toma de los incrementos durante el período, éstos se pueden tomar ya sea continua o intermitentemente. Sin embargo, cuando se muestrea de vagones, barcos o pilas de un coque regularmente recibido el muestreo continuo debe ser normalmente utilizado.

3.3.3 Muestreo continuo

En el muestreo "continuo", se muestrea cada unidad y se toma el mismo número de incrementos en cada una.

Por lo tanto, el número de incrementos requeridos para dar la precisión especificada se debe dividir por el número total de unidades en el período, para obtener el número de incrementos por cada unidad. Este número de incrementos, cada uno de masa apropiada, se debe tomar de cada unidad como se describe en el capítulo 7, aunque cualquiera de los métodos es relevante. Se deben extraer los incrementos de cada unidad y una muestra de laboratorio preparada de tal forma que se obtenga un resultado para cada unidad. Hay tantos resultados de muestras para cada período como unidades haya.

El promedio debe ser la precisión requerida, pero si se desea verificar que esta se ha alcanzado con el menor número posible de incrementos, se puede realizar utilizando el procedimiento de muestreo doble.

3.3.4 Muestreo intermitente

Con frecuencia es conveniente tomar incrementos de algunas de las unidades de coque pero no de otras. Por lo tanto puede ser deseable tomar muestras de dos días, pero no de otros días en una semana. Esto es llamado muestreo "intermitente" (Ver Norma Venezolana COVENIN 1669). Se toma el mismo número de incrementos de cada unidad que se muestrea. Se debe decidir el número de unidades que se va a muestrear y el número total de incrementos requeridos se debe dividir por este número de unidades para obtener el número de incrementos a ser tomados de cada unidad a muestrear. Las unidades a ser muestreadas se deben tomar al azar: por ejemplo, si la muestra se toma solamente dos días a la semana, los días para el muestreo se deben seleccionar cada semana al azar (Ver 7.3.).

El número necesario de incrementos, cada uno de peso apropiado, se debe tomar de cada unidad seleccionada como se describe en el capítulo 7. Los incrementos de cada unidad se colocan juntos y se prepara una muestra de laboratorio de tal manera que se haga un análisis por cada unidad muestreada. En consecuencia hay tantos resultados de muestras por período como unidades muestreadas, pero el número de unidades disponibles es mayor debido a que hay algunas que no son muestreadas. En este caso no es posible decir que el promedio de estos resultados tengan la precisión requerida mientras no se disponga de la información sobre la

variación entre las unidades. Si ésta es muy grande es necesario introducir muestreo "continuo" hasta obtener la precisión requerida.

Cuando el muestreo es en barcos o pilas no se puede llevar a cabo muestreo "intermitente" y en tales casos no es probable que un muestreo regular pueda ser llevado a cabo en cualquier forma ya que generalmente es necesario considerar el coque en un barco o en una pila como una consignación individual. Sin embargo, las condiciones de muestreo continuo pueden aplicarse ocasionalmente si el coque de una fuente individual fue regularmente recibido.

3.3.5 Muestreo de polvo y coque con granulometría menor o igual que 20 mm.

Se asume generalmente que coque con granulometría menor o igual que 20 mm, producido como el resultado de la fractura de coque, se debe muestrear durante la transferencia del punto de generación al tamizado. En tales casos, se deben tomar muestras de una corriente en caída, una cinta en movimiento o una cinta detenida.

Es difícil extraer muestras representativas de consignaciones estáticas tales como vagones de tren, camiones o pilas, en tales casos no son recomendados los sistemas de muestreo arriba indicados (Ver 3.3.1 y 3.3.2).

4 ESTANDAR DE PRECISION ADOPTADO

4.1 GENERAL

Los límites dados abajo se aplican solamente en ausencia de desviaciones.

Los estándar de precisión están basados sobre el 95% del nivel de probabilidad y cualquier estándar, ya sea más alto o más bajo que el estándar de referencia puede ser logrado mediante el ajuste del número de incrementos como se describe en 5.3.

Para asegurar que la precisión del estándar se logra en todos los casos, el número de incrementos está basado en los casos más difíciles que han sido observados. En consecuencia los resultados pueden ser de mejor precisión que lo requerido pero no es posible reducir el número de incrementos por adelantado, ya que la variabilidad del coque no es conocida. Sin embargo, en la Norma Venezolana COVENIN 1268 se dan los métodos para verificar la precisión obtenida y reducir el número de incrementos para minimizar el trabajo involucrado cuando esto sea justificado.

Se puede llevar a cabo una verificación de la precisión, por el método de muestreo doble. Los detalles se dan en la Norma Venezolana COVENIN 1268 y se recomienda ampliamente que sean utilizados estos métodos.

4.2 HUMEDAD

En el procedimiento expuesto en esta Norma el contenido de humedad reportada del coque debe estar dentro de $\pm 1\%$ del valor verdadero por lo menos 95 veces de 100.

4.3 CENIZA Y OTRAS CARACTERISTICAS QUIMICAS

Se recomienda que el muestreo para determinar características químicas esté basado en muestreo para humedad. Esta característica es generalmente una de las que se determinará y la experiencia ha demostrado que ésta es casi siempre la característica química más variable del coque.

El muestreo para humedad con una precisión de $\pm 1\%$ alcanzará la misma o una mejor precisión para todas las otras características químicas, pero lo contrario no es verdadero.

4.4 CARACTERISTICAS FISICAS

El procedimiento expuesto en esta Norma está basado en la hipótesis de que el coque se debe muestrear para dar un tamaño promedio del coque reportado dentro de $\pm 1/10$ del tamaño promedio verdadero; las precisiones del porcentaje acumulado de sobretamaño utilizando los números y pesos de incrementos dados en esta Norma, no deben ser inferior que lo siguiente:

Porcentaje acumulado (a) en un cedazo	Precisión %
$0 \leq a < 5$	3,5
$5 \leq a < 10$	4,0
$10 \leq a < 20$	4,5
$20 \leq a < 40$	5,0
$40 \leq a < 50$	4,5
$50 \leq a < 60$	4,0
$60 \leq a < 70$	3,5
$70 \leq a < 80$	3,0
$80 \leq a < 90$	2,5
$90 \leq a < 95$	1,5
$95 \leq a < 100$	1,0

4.5 ADVERTENCIA

En 4.1 se especifica que el estándar de precisión es arbitrario y que cualquier estándar ya sea más bajo o más alto que el estándar de referencia se puede obtener por ajustes adecuados del número de incrementos como se indica en 5.3. Mientras que esto es verdad en principio, ello no es enteramente así en la práctica. Consideraciones prácticas limitan la masa de coque que puede ser manejado y por lo tanto el número de incrementos. Generalmente no se aconseja intentar obtener una precisión numéricamente menor que 0,5% para humedad en coque estacionario. Si se requiere un estándar más elevado, se aconseja alcanzar esto promediando los resultados de varias muestras de tal manera que el promedio de los resultados para una semana o un mes tendrá la "alta" precisión deseada. El número de incrementos tomados nunca debe ser menor que 12.

5 NUMERO DE INCREMENTOS

5.1 GENERAL

Los números de incrementos dados de 5.4 a 5.7 son los requeridos para alcanzar la precisión estándar.

Si se requiere una precisión diferente que la del estándar, ver 5.3 y 4.5. Cuando se recibe regularmente coque de calidad consistente se puede llevar a cabo el procedimiento de muestreo doble y el número de incrementos puede entonces ser modificado en subsecuentes ensayos en concordancia con los resultados de los cálculos con tal que la precisión requerida se mantenga.

En principio, el número de incrementos a ser tomados de una consignación de una sola fuente para alcanzar una cierta precisión es función de la variabilidad del coque en la consignación, independientemente del peso y se deben aplicar los números de incrementos dados de 5.4 a 5.7 para cualquier consignación. Sin embargo la segregación de coque en grandes consignaciones es generalmente mayor que en pequeñas consignaciones y por esta razón el número de incrementos dados abajo se aplican solamente para consignaciones de hasta 1000 t.

5.2 MUESTREO DE GRANDES CONSIGNACIONES

Para consignaciones mayores que 1000 t, existen dos alternativas:

a.- Preferiblemente, la consignación se debe dividir en un número de porciones, cada uno de 1000 t o menos de las cuales se debe tomar el número especificado de incrementos.

b.- Alternativamente, se puede tomar una sola muestra, pero el número de incrementos recomendado para el caso particular se debe multiplicar por el factor empírico siguiente:

$$\sqrt{\frac{\text{peso de la consignación (toneladas)}}{1000}}$$

5.3 PRECISION DIFERENTE DE LA DEL ESTANDAR

Para una precisión diferente de la del estándar (por ejemplo $\pm 1,5\%$ en lugar de $\pm 1\%$) el número inicial de incrementos se debe multiplicar por:

$$\frac{4 A_0^2}{5 A_1^2 - A_0^2}$$

Donde:

A_0 = es la precisión del estándar

A_1 = es la precisión deseada.

Se alcanza una precisión mayor distribuyendo el efecto de muestreo sobre un gran número de incrementos y por lo tanto reduciendo este efecto sobre la precisión obtenida. Sin embargo, el aumento en el número de incrementos puede ser injustificado e indebidamente elevado, a menos que los errores debido a preparación de muestra y análisis puedan también ser reducidos. Estos errores se pueden reducir mediante el agrupamiento de incrementos en partes, de los cuales de cada una se prepara una muestra para el análisis o ensayo.

En tales casos, se utiliza el siguiente factor para ajustar el número de incrementos:

$$\frac{4n A_0^2}{5n A_1^2 - A_2^2}$$

Donde:

n es el número de muestras totales

Por ejemplo, si son recolectadas muestras de seis partes, el factor es:

$$\frac{24 A_0^2}{30 A_1^2 - A_0^2}$$

5.4 MUESTRAS PARA HUMEDAD

El número de incrementos requeridos depende del muestreo del coque en relación a su localización y se indica en la tabla 1.

TABLA 1. Número de incrementos para una precisión de humedad de $\pm 1\%$

CLASE	Número de incrementos para coque en:			
	Corriente	Vagones	Barcos	Pilas
Coque con granulometria mayor de 20 mm	50	75 (1)	100	150
Polvo o coque de tamaño nominal menor o igual a 20 mm	20	--	--	--

(1) Cuando el número de vagones a ser muestreado es menor que 15, se deben tomar cinco (5) incrementos de cada vagón.

Si se va a determinar el contenido de humedad del coque, el cual es normalmente el caso, ya que sin ella no se pueden determinar las demás características "químicas", la cantidad manejada en una operación de trituración no debe exceder de 70 kg, de otra manera el coque estaría expuesto por un tiempo tal que ocurriría una pérdida de humedad apreciable.

5.5 MUESTRA PARA CENIZA

El número de incrementos debe ser como se indica en la tabla 1.

5.6 MUESTRA FISICA

El número de incrementos requeridos para obtener el tamaño promedio dentro de 1/10 del tamaño promedio verdadero depende el tamaño nominal superior del coque y se indica en la tabla 2.

TABLA 2 Número de incrementos del tamaño promedio verdadero para una precisión de de 1/10

Tamaño nominal superior (mm)	Número de incrementos para coque en:			
	Corriente	Vagones	Barcos	Pilas
< 20	20	--	--	--
21 a 50	50	75	100	150
51 a 100	20	30	40	60
101 a 200	10	15	20	30

5.7 MUESTRA COMUN

Cuando se requiere una muestra común, es esencial que el número de incrementos tomados sea adecuado para obtener la precisión requerida tanto para humedad como para tamaño promedio. Como el primero requiere más incrementos, los números de incrementos serán los mostrados en la tabla 1. Como consecuencia se tomarán más incrementos de los necesarios para la precisión estándar del tamaño promedio, por lo tanto la precisión alcanzada debe ser mejor que la del estándar, como se indica en la tabla 3.

Tabla 3. Muestra común, precisión del tamaño promedio

Tamaño nominal superior, mm	Precisión como fracción del tamaño promedio verdadero.
≤ 50	1/10
51 a 100	1/15
101 a 200	1/20

6 INCREMENTO DE MASA MINIMA

6.1 GENERAL

Las masas de los incrementos dados en la tabla 4 son masas mínimas. Donde por consideraciones prácticas se requiere que el coque sea muestreado por medio de un muestreador mecánico, por ejemplo, de una cinta transportadora moviéndose rápidamente que suministra coque a un horno grande, las masas de los incrementos serán generalmente mayores que las establecidas en la tabla 4.

Este procedimiento es permitido y en general se asegurará una mayor exactitud del muestreo. La masa de la muestra total será mayor que la requerida para el nivel de precisión recomendado. Es esencial que el número de incrementos tomados no sea reducido por debajo del necesario para la precisión requerida.

6.2 MASA

La masa mínima del incremento se indica en la tabla 4.

Tabla 4 Masa mínima del Incremento

Tamaño nominal superior (1) mm	Masa, kg
≤ 40	1
41 a 80	2
81 a 120	4
> 120	9

(1) Los rangos de tamaño nominal superior difieren de los de la tabla 2 debido

a que los datos experimentales utilizados para la elaboración de estas tablas fueron obtenidos de diferentes laboratorios, trabajando en tiempos y condiciones diferentes. Tales diferencias, sin embargo, afectarán la masa de la muestra total en una extensión menor y no importante.

Adicionalmente se deben cumplir las siguientes condiciones:

a.- Cuando se muestrea de una cinta detenida, el ancho de la sección transversal tomada debe ser 2,5 veces el tamaño superior del coque.

b.- La abertura mínima del implemento de muestreo debe ser 2,5 veces el tamaño superior del coque.

7 TOMA DE INCREMENTOS

7.1 GENERAL

La muestra se debe tomar por incrementos de aproximadamente igual peso, los puntos esparcirse parejamente sobre la unidad a ser muestreada de tal manera de evitar desviaciones debido a la segregación del tamaño. Preferiblemente, los incrementos se deben tomar mientras el coque está en movimiento, o de una cinta transportadora detenida o durante la carga o descarga de vagones.

No debe tomarse de la parte superior de vagones cargados.

Si es posible, se deben utilizar máquinas de muestreo, preferiblemente en un punto de descarga o, si esto no es posible, entonces de una corriente en movimiento. Los incrementos se deben tomar a iguales intervalos de tiempo o espacio y deben ser de igual masa.

Es importante que el intervalo de tiempo entre incrementos sucesivos no coincida con cualquier periodicidad natural, ya sea conocida o sospechada, en la cantidad o calidad del coque que está siendo muestreado, ya que ésta introducirá un error sistemático. Tal periodicidad puede aparecer del ciclo de operaciones del horno de coque y se debe tomar un cuidado particular para evitar lo señalado anteriormente.

El implemento de muestreo no se debe llenar hasta rebosar.

El coque debe estar frío cuando sea muestreado.

El muestreo manual de una corriente en movimiento para coques de tamaño superior a 120 mm puede ser peligroso y si es posible la cinta se debe detener o se debe utilizar una máquina de muestreo.

Cuando el coque está en movimiento, los incrementos deben representar el ancho y profundidad completa de la corriente del material a ser muestreado.

El coque que pasa al comienzo y al final del flujo se debe ignorar.

Si la muestra es para la determinación de humedad, se debe tomar en una tolva equipada con una tapa sellada.

Si la muestra es para la determinación de tamaño se debe tomar minimizando las fracturas.

En los siguientes puntos se dan instrucciones detalladas para la toma de incrementos.

7.2 METODO DE REFERENCIA

El muestreo desde una cinta detenida es la forma más satisfactoria de asegurar que la muestra esté libre de desviaciones, porque todas las partículas de coque son tomadas en la sección marcada. Por lo tanto se recomienda como el método de referencia y se debe utilizar para verificar todos los otros métodos. Tal verificación es particularmente importante cuando se muestrea para determinar tamaño a partir de vagones, barcos o pilas, donde las partículas finas tienden a acumularse en el fondo del recipiente.

7.3 ORDENES ALEATORIAS

Una manera conveniente para determinar órdenes aleatorias cuando se muestrea de vagones se indica a continuación (el procedimiento es también aplicable al muestreo en gabarras y barcos).

Se provee un conjunto de discos, un disco para cada posición, adecuadamente marcados; por ejemplo un conjunto de discos numerados del 1 al 18. Se colocan los discos en una bolsa del punto de muestreo, junto con un diagrama dibujado sobre un tablero fijo mostrando las localizaciones de los puntos sobre la superficie del vagón. Al muestrear desde el primer vagón seleccionado, el operador de muestreo debe retirar de la bolsa uno, dos o tres discos que correspondan con el número de incrementos a ser tomados de este vagón. Se debe tomar un incremento de cada área indicada por los discos. Los discos después de ser utilizados se deben colocar en una segunda bolsa. Para el segundo vagón se utiliza el mismo procedimiento siendo removidos los discos de los remanentes en la primera bolsa.

Este proceso continúa hasta que todos los discos sean utilizados. La posición de las bolsas es entonces revertida y se continua el procedimiento, de tal manera que el orden de las posiciones de las cuales los incrementos se toman sea siempre diferente.

Este procedimiento se puede utilizar para seleccionar los vagones a ser muestreados cuando algunos son muestreados y otros no. Por ejemplo, supóngase 36 vagones a ser muestreados de una consignación de 100, se coloca en una bolsa un conjunto de discos numerados del 1 al 100 y el operador de muestreo retira de la bolsa 36 discos numerados en sucesión. Los discos seleccionados son colgados de unos ganchos sobre un tablero de referencia y los vagones se numeran con tiza cuando pasan. Los vagones correspondientes a los números escogidos se deben muestrear.

7.4 MAQUINAS DE MUESTREO

Existen máquinas de muestreo, controladas manual o automáticamente, las cuales atravesarán una corriente descendente de coque o barrerán incrementos de una cinta transportadora en movimiento. Estas máquinas se deben ajustar cuidadosamente para asegurar que se toma el espesor y ancho completo de la corriente. Es importante que el incremento no llene completamente el contenedor de la muestra.

7.5 MUESTREO DESDE UNA CORRIENTE DE MATERIAL

7.5.1 General

Es importante que los incrementos tomados de una cinta representen el ancho completo y la profundidad de la corriente y puedan ser tomados manualmente o por máquinas de muestreo. La carga de la cinta se debe controlar como sea posible para evitar excesivo apilamiento, de tal forma que los incrementos no sean de masa excesiva.

El flujo debe ser razonablemente uniforme sobre la sección transversal completa de la corriente todo el tiempo, por medio de una carga controlada o dispositivos adecuados, tales como tolva de alimentación.

7.5.2 Muestreo desde una cinta detenida

Se toma una sección completa, cuyo ancho mínimo debe ser 2,5 veces el tamaño superior del coque. Es conveniente definir una posición adecuada, marcando la estructura adyacente a la cinta; se debe remover todo el coque de la sección marcada. Alternativamente, se debe colocar una estructura adecuada sobre la cinta detenida, de tal manera que esté en contacto con la cinta através del ancho completo; todo el coque que esté dentro de la estructura se debe barrer dentro de un contenedor. Cualquier pieza de coque que esté obstruyendo la inserción de la estructura se impulsa a:

- a.- la izquierda de la estructura, dentro de la muestra
- b.- la derecha de la estructura, fuera de la muestra.

7.5.3 Muestreo desde una corriente en movimiento

7.5.3.1 Muestreo desde un punto de descarga.

Se debe utilizar un cucharón con una abertura mínima de 2,5 veces el tamaño superior del coque. Se debe tomar precaución para que la corriente sea muestreada de tal forma que no se introduzca ninguna desviación.

Para incrementos alternados, el cucharón se debe introducir desde la izquierda y desde la derecha y pasado internamente através de la corriente para asegurar que el coque del ancho total de la corriente es incluido en la muestra.

Si es posible muestrear a través del ancho completo de la corriente en un movimiento sin sobrellenar el contenedor, se debe muestrear sistemáticamente la corriente, tomando los incrementos de partes de la corriente de turno.

Es indispensable que la corriente sea muestreada pasando el cucharón através de ella una vez y retirarla de tal forma que el cucharón lleno no sea pasado una segunda vez através de la corriente, esto se puede lograr invirtiendo el cucharón pasándolo por el dorso de la corriente y retirándolo através de ésta, alternativamente, el cucharón puede ser retirado de la corriente por ejemplo, moviéndolo de lado.

Cualquiera sea el método utilizado, es imprescindible que el incremento no llene el contenedor de muestra después que ha atravesado la corriente.

Puede ser necesario sostener el mango del contenedor de muestra através de una barra cuando se pasa dentro de la corriente en caída o de utilizar un soporte especial.

Donde se utilizan máquinas de muestreo la combinación de los siguientes requerimientos puede producir un incremento considerablemente mayor que la masa mínima recomendada: cada incremento debe representar el ancho y la profundidad completa de la corriente y la abertura mínima del implemento de muestreo debe ser 2,5 veces el tamaño superior del coque,

7.5.3.2 Muestreo desde una cinta en movimiento.

Puede ser necesario tomar muestras desde una cinta en movimiento si es imposible hacerlo desde un punto de descarga. Este procedimiento requiere destreza por parte del muestreador. Debe tomarse cuidado para asegurar que el espesor completo de la corriente se muestrea. El cucharón debe barrer el fondo de la cinta, de otra forma habrá una tendencia a dejar detrás algo del coque más fino.

Si es imposible muestrear el ancho total de la corriente desde un lado, se deben tomar alternativamente incrementos de ambos lados de la cinta.

Cintas que se mueven a alta velocidad o que conducen cargas pesadas son peligrosas, por lo tanto se recomienda un muestreo manual de cintas en movimiento, solamente cuando la velocidad de la cinta no es mayor que 1,5 m/s, la altura del coque no es mayor que 0,3 m y el flujo no es mayor que 200 t/h.

Existen máquinas de muestreo automático que pueden barrer un incremento desde una cinta en movimiento.

7.5.4 Muestreo desde una corriente discontinua en movimiento

Los equipos para este muestreo son cintas descargadas, elevadores de cangilones cintas de cangilones o funiculares aéreos.

El muestreo puede ser realizado previendo que el peso del contenido de un cangilón no sea menor que el peso del incremento requerido, ésta condición se cumple en casi todos los casos. Los incrementos se deben recolectar de la corriente de coque en el punto de descarga o en cualquier punto mediante la parada de la línea. El conjunto total de un cangilón se debe tomar como un incremento. Los cangilones grandes se dividen en secciones, si el contenido de cada sección es mayor que el peso especificado del incremento, se toma solamente uno de éstos, pero en cangilones sucesivos se debe tomar cada sección en rotación.

7.5.5 Muestreo desde una cinta de barra de arrastre

La muestra se toma desde el extremo de descarga de la cinta, para tomar incrementos que representen el ancho y la profundidad total de la corriente, por ejemplo, cuando se muestrea desde una cinta de barra de arrastre fuera de la casa de retorta cerrada por una tapa, que puede ser retirada para permitir que los incrementos caigan através del plato de fondo en un recipiente adecuado. La ranura debe estar hecha para evitar que se forme una cavidad en la cual la materia fina se recolecte entre tiempos de muestreo. Si esto no se puede efectuar, la primera corrida de la ranura de muestreo se debe rechazar.

7.6 MUESTREO DESDE VAGONES

7.6.1 General

Se deben tomar los incrementos de tal forma que sean representativos de todas las partes del coque en el vagón. Normalmente, la mayoría del coque en el vagón es inaccesible y por lo tanto, los métodos involucran el muestreo durante alguna parte del proceso de descarga. El método a ser adoptado depende del método de manejo del vagón con el coque y de los tipos de vagones concernientes.

En algunas plantas, los vagones llenos de coque se vacían y luego se transportan sobre una cinta de tal forma que lotes individuales de coque se puedan identificar separadamente. El coque se debe muestrear desde la cinta transportadora como se describe en 7.5.

Donde no se pueda aplicar el método de la cinta, pero sea posible vaciar parcialmente el vagón haciendo accesible dos caras en reposo, es preferible muestrear en el mismo vagón. Si esto no es posible, se pueden tomar incrementos de la corriente de descarga del coque por debajo del vagón.

Uno de los métodos descritos abajo debe ser conveniente para el uso en cualquier circunstancia. No es satisfactorio para humedad, ceniza o pruebas físicas tomar muestras desde la parte superior de los vagones y no se debe adoptar.

7.6.2 Muestreo de vagones con puertas de fondo

En vagones con ocho puertas, se utilizan las cuatro puertas centrales, en aquellos con solamente cuatro puertas, se utilizan todas. Los vagones se pueden muestrear ya sea en las caras expuestas o durante la descarga.

7.6.2.1 Método de cara expuesta.

Se abren dos puertas lado a lado y se descarga parte del coque. Las puertas son cerradas y atornilladas, permaneciendo dos caras en reposo en el vagón, las caras se numeran en áreas como se muestra en la figura 1 y se toman incrementos de las áreas numeradas. Las puertas que se abren son tomadas en los extremos opuestos del vagón en vagones alternados.

7.6.2.2 Método de descarga.

Se toman incrementos por debajo del vagón a medida que la corriente del coque cae a través de las puertas y se debe utilizar el método descrito en 7.6.5.

7.6.3 Muestreo en vagones con puerta lateral

El vagón se vacía parcialmente, dejando dos caras pendientes, se asignan seis posiciones de muestreo a cada una de estas caras, resultando 12 puntos de muestreo, como se indica en la figura 1.

El método de llenar la pala es importante ya que es imprescindible asegurar que ésta contiene la correcta proporción del coque grande y pequeño, se debe por lo tanto sostener horizontalmente en la posición de muestreo deseada e introducida dentro de la cara de coque hasta su completa profundidad.

7.6.4 Muestreo en descargas laterales del vagón

El vagón se vacía a la mitad de tal forma que el fondo sea visible dejando una cara en reposo. El vagón se vacía parcialmente para prevenir que la cara se deslice. Se asignan un número adecuado de áreas de muestreo a esta cara como en el muestreo de superficie del vagón y se toman los incrementos de los puntos igual que se indica arriba. Puede ser necesario construir guías sobre ruedas especiales que se pueden empujar hacia adelante o hacia atrás, o alternativamente, utilizar un cucharón con un mango largo.

7.6.5 Muestreo en vagones durante la descarga por el fondo

Se utiliza un envase tan grande como lo permita el manejo y se desliza dentro de la corriente de coque durante la descarga, variando la posición de entrada de vagón a vagón. Debido a la caída rápida del coque es difícil obtener incrementos de todas las partes de la corriente y se requiere ayuda mecánica para dar al método una seguridad razonable. Este método es difícil y peligroso de operar, si es posible se deben utilizar otros métodos.

7.7 MUESTREO EN ALIMENTADORES DE COQUE

Los incrementos se deben tomar en el punto de descarga y deben representar el ancho y profundidad completas de la corriente. Una caja de tamaño adecuado se debe oscilar através de la corriente. Si es posible, se deben tomar los incrementos, mediante la oscilación alternada desde adelante y desde atrás. Si el alimentador es muy ancho, los incrementos se deben tomar a partir de ambos lados y de la mitad del chorro en orden apropiado, pero debe tomarse precaución para evitar desviaciones.

7.8 MUESTREO EN BARCOS

7.8.1 General

Los incrementos se toman de un número de puntos distribuidos sobre varias capas del coque en la bodega, la cual está expuesta de tiempo en tiempo a medida que el barco se descarga.

Si durante la carga o descarga el coque se traslada por un transportador, la muestra debe ser tomada preferiblemente de algún punto en el sistema de transporte donde se pueden evitar desviaciones más fácilmente. Se debe seguir el procedimiento expuesto en 7.5, pero en vista de la segregación que ocurre durante la carga del barco, se debe tomar el número de incrementos indicados en la tabla 1 para barcos.

Usualmente es necesario muestrear desde la bodega del barco y es imprescindible emplear una persona entrenada y experta. La distribución de tamaño de la carga se debe estimar de tal forma que asegure que los incrementos tomados sean representativos.

Es importante verificar que las bodegas estén bien ventiladas antes de entrar y que el peligro del coque cayendo haya sido minimizado. Se debe utilizar una cuerda de seguridad. Es importante notar que la segregación durante la carga con frecuencia resulta en la acumulación de terrones de coque cerca de las paredes de la bodega. Es necesario considerar esto cuando se hace el estimado de la distribución de tamaño.

La destreza del muestreador en la estimación de la distribución de tamaño debe ser regularmente verificada. Un método adecuado es utilizar un gancho para remover una porción sustancial de la carga y verificar el estimado del muestreador de la distribución de tamaño del contenido por un análisis de tamaño realizado sobre el total de la porción.

Alternativamente, su estimado puede ser verificado por el de un experto el cual no es el responsable de realizar el muestreo.

Cuando se muestrea de barcos que van al mar las oportunidades para el muestreo son con frecuencia limitadas ya que se deben evitar retrasos durante la descarga. Por esta razón, se pueden adoptar en ocasiones procedimientos que no son ideales.

En la toma de cada incremento, se debe asegurar que éste representa el coque de los alrededores y en particular, que partículas grandes no deben caer dentro del cucharón ni salir de él cuando se extrae el incremento.

Se debe tomar precaución para asegurar que los incrementos no son contaminados debido a condiciones atmosféricas prevalecientes. Como la capa superior es fácilmente afectada por lluvia o secada por el viento, se recomienda tomar los incrementos por lo menos a 0,2 m ó 0,3 m por debajo de la superficie a menos que ésta haya sido descubierta recientemente.

La posición de los puntos de toma de los incrementos debe ser distribuida sobre la superficie del coque utilizando el procedimiento descrito en 7.3.

7.8.2 Muestreo en barcos

Los barcos se deben muestrear en dos o más etapas, siendo una etapa en la bodega a cada 4 m de profundidad del coque. La figura 2 ilustra las etapas en la cual se realiza el muestreo.

La primera etapa del muestreo no se debe realizar hasta que haya sido removido suficiente coque de la superficie para permitir un estimado de las proporciones de polvo y terrones de coque en la consignación.

En cada etapa se deben tomar incrementos desde puntos distribuidos parejamente sobre la superficie expuesta del coque, tomando precaución para que todas las porciones de la superficie sean cubiertas.

7.8.3 Muestreo en gabarras

Si la profundidad del coque en la bodega es menor que 4 m se debe muestrear en una etapa durante la descarga. El muestreo se debe realizar cuando la descarga ha descubierto parcialmente el fondo de la bodega.

7.8.4 Muestreo en palas de dragar o en sistemas mecánicos

Cuando el coque de un barco o gabarra se descarga por medio de palas de dragar o por sistemas mecánicos es preferible utilizar el esquema de muestreo recomendado en el punto 7.5. Sin embargo, se debe tomar el número de incrementos recomendado para barcos.

7.8.5 Muestreo para humedad

Si en la carga hay humedad, ésta se va a fijar en el fondo de la bodega de tal forma que ocurrirá un incremento del contenido de humedad a través de la profundidad del coque. Este incremento de humedad con la profundidad hace la toma de una muestra para humedad particularmente difícil cuando el muestreo se realiza en una etapa (por ejemplo desde gabarras). Se deben tomar los incrementos a tres niveles diferentes, a un nivel superior e inferior, cada uno equidistante del nivel central y a la mitad de la profundidad (Ver figura 2).

Con la condición de que la profundidad total del coque sea expuesta, el nivel superior se debe tomar de 0,1 a 0,2 m desde arriba y el nivel inferior a una distancia igual desde el fondo. Si esto no es posible (debido a que el fondo no ha sido expuesto, o ha sido removido el coque superior, la distancia entre los niveles superior e inferior debe ser lo más grande posible, sujeta a la condición de que sean equidistantes del centro. Se deben tomar igual número de incrementos de los niveles superior, central e inferior.

7.8.6 Ejemplo

El siguiente ejemplo muestra un método de muestreo en una gabarra.

Se requiere una muestra de 48 incrementos de una gabarra de 2,5 m de profundidad, 5 m de ancho y 20 m de largo.

La gabarra debe ser dividida en 100 secciones (5 x 20), como se indica a continuación y 48 de las posiciones deben seleccionarse al azar.

1	96
2	97
3	98
4	99
5	100

7.9 MUESTREO EN PILAS DE ALMACENAMIENTO

7.9.1 General

Las pilas de almacenamiento pueden consistir de una mezcla de coque de diferentes

fuentes o de mezcla de coque de diferentes tamaños, ceniza y humedad, algunas veces apiladas en diferentes localizaciones en la pila total. La capa superior de una pila de almacenamiento es generalmente diferente del resto en calidad, debido a la exposición, fractura y segregación durante el manejo, apilamiento y otras causas. El método de muestrear material estacionario cavando huecos para atravesar las capas no es adecuado para satisfacer el requerimiento básico de muestreo, el cual es que el total de la consignación debe ser igualmente accesible, en consecuencia, un muestreo representativo es posible en el curso de almacenamiento o levantamiento se pueden tomar cuando los incrementos desde un transportador detenido o de una corriente en caída, y el método de muestreo descrito en 7.5 se debe utilizar excepto que el número de incrementos debe ser el indicado para pilas (Ver tablas 1 y 2).

Cuando se muestrean pilas, las posiciones de los incrementos se deben espaciar tan uniforme como sea posible sobre la superficie de la misma. Es aconsejable, especialmente en el caso de grandes pilas, trabajar de acuerdo a un plan, indicando las posiciones de muestreo sobre un dibujo de escala del área y marcar las posiciones antes de muestrear.

Los pesos y números de incrementos tomados deben ser apropiados al tamaño del coque que se está muestreando. Cada incremento se debe preparar y analizar separadamente porque, debido a las masas de los incrementos, la muestra bruta resultante es demasiado grande para el manejo y preparación de una muestra representativa. El valor para la pila total se obtiene tomando el promedio aritmético del análisis de los incrementos individuales.

En todos los casos los resultados pueden solamente proveer escasa información sobre el lugar y la profundidad del coque a partir del cual se toman las muestras. Es esencial utilizar personas entrenadas y expertas en muestreo. El estándar de precisión indicado en el punto 4 no es aplicable al muestreo en pilas.

7.9.2 Muestreo para cenizas o pruebas físicas

La muestra debe contener las mismas proporciones de tamaño grandes y pequeñas como se estima para la pila. En la toma de cada incremento se debe tomar precaución para asegurar que se representa el coque de los alrededores y en particular los pedazos grandes no deben caer dentro del cucharón ni salir de él cuando se extrae el incremento.

Es necesario hacer perforaciones por medio de una pala de dragar. El ángulo de los lados debe ser menor que el ángulo de reposo del coque de tal forma que ningún fragmento caiga por los lados. Se deben hacer agujeros a diferentes profundidades y desde el fondo de cada agujero se debe tomar un incremento con una pala de tal forma que muestras de aproximadamente la misma masa se tomen en diferentes capas.

7.9.3 Muestreo para humedad

Adicionalmente los siguientes puntos se deben considerar cuando se muestrea para humedad.

El coque gradualmente pierde agua por drenaje hasta que se alcanza el equilibrio.

Después de la lluvia, el contenido de humedad no cambiará por debajo de cierta profundidad. Esta profundidad depende de la distribución de tamaño y de los arreglos realizados durante el almacenamiento, cubriendo con polvo de coque o.

rodando el polvo.

El contenido de humedad de las muestras tomadas de la superficie de la pila depende del estado atmosférico. Siempre será demasiado bajo a menos que las muestras se tomen después de llover. Por lo tanto, es necesario realizar perforaciones a una profundidad tal que evite las capas de la superficie.

8 TRATAMIENTO DE LA MUESTRA

8.1 MUESTRA PARA HUMEDAD

Si se va a determinar el contenido de humedad, los incrementos se deben colocar tan rápido como sea posible dentro de un recipiente impermeable provisto con tapas bien ajustadas, las cuales se deben colocar nuevamente después que cada incremento ha sido introducido. La muestra se debe mantener en un lugar fresco durante el almacenamiento. Se debe colocar en el recipiente de la muestra una etiqueta que suministre una descripción clara y suficiente de la misma.

La muestra se debe preparar para la determinación de humedad como se describe en el capítulo 10.

Donde diariamente se toman muestras de poca masa, éstas deben (si es necesario) ser retenidas en el recipiente por 2 ó 3 días o hasta que cerca de 50 kg se hayan tomado, pero se recomienda ampliamente que a cada incremento diario de coque se le determine el contenido de humedad el mismo día de la toma de muestra.

8.2 MUESTRA FISICA

Si a la muestra se le va a determinar alguna propiedad física, es importante que los incrementos se tomen de tal forma que la fractura sea minimizada.

Se debe colocar en el recipiente de la muestra una etiqueta que suministre una descripción clara y suficiente de ésta.

8.3 MUESTRA COMUN

8.3.1 General

Se toma una muestra común de tal forma que las condiciones descritas en 8.1 y 8.2 sean satisfechas.

La muestra se divide como se describe en 8.3.2, la mitad para la humedad se trata como se describe en 8.1 y la otra mitad para la prueba física como se describe en 8.2.

8.3.2 División de la muestra

Se utiliza un recipiente de un tamaño que pueda contener una muestra completa. El recipiente debe tener dos divisiones que se crucen en el centro en ángulos rectos de tal forma que se obtengan cuatro compartimientos iguales. El ancho de cada compartimiento debe ser al menos 2,5 veces el tamaño máximo de partícula. Las dimensiones del recipiente deben ser suficientes para permitir que el espacio sea ocupado por los divisores. Un arreglo alternativo conveniente es el de disponer de

cuatro recipientes que se puedan unir para formar una cruz y luego se separen. Cada muestra se tiene que dividir cuidadosamente y se vierte rápidamente dentro del recipiente sobre el centro de la cruz de tal forma que la humedad no se pierda y no se ocasione fractura. Dos porciones diagonalmente opuestas se deben remover y colocar juntas para la muestra de humedad, las otras dos porciones se remueven y se colocan juntas para la muestra física.

8.4 MUESTRA PARA CENIZA

Una muestra para ceniza no se debe utilizar para la determinación de humedad.

La muestra de ceniza se debe tratar como se describe en el capítulo 11.

9 REPORTE

La persona que toma la muestra debe preparar un reporte indicando el número y tamaño de los incrementos, detalles del procedimiento de toma de muestra, detalles completos de origen y condiciones del coque y la precisión adoptada. Este reporte se debe anexar a la muestra o hacerlo disponible al receptor de los resultados finales. Si se requiere se debe incluir un plan de muestreo.

10 PREPARACION DE LA MUESTRA PARA LA DETERMINACION DE LA HUMEDAD TOTAL

10.1 GENERAL

El procedimiento para la preparación de 1 kg de muestra para la determinación de la humedad total se señala en el diagrama A.

En el caso de coque con granulometría menor o igual a 20 mm, se requiere solamente el proceso de división de muestra descrito en 10.4.

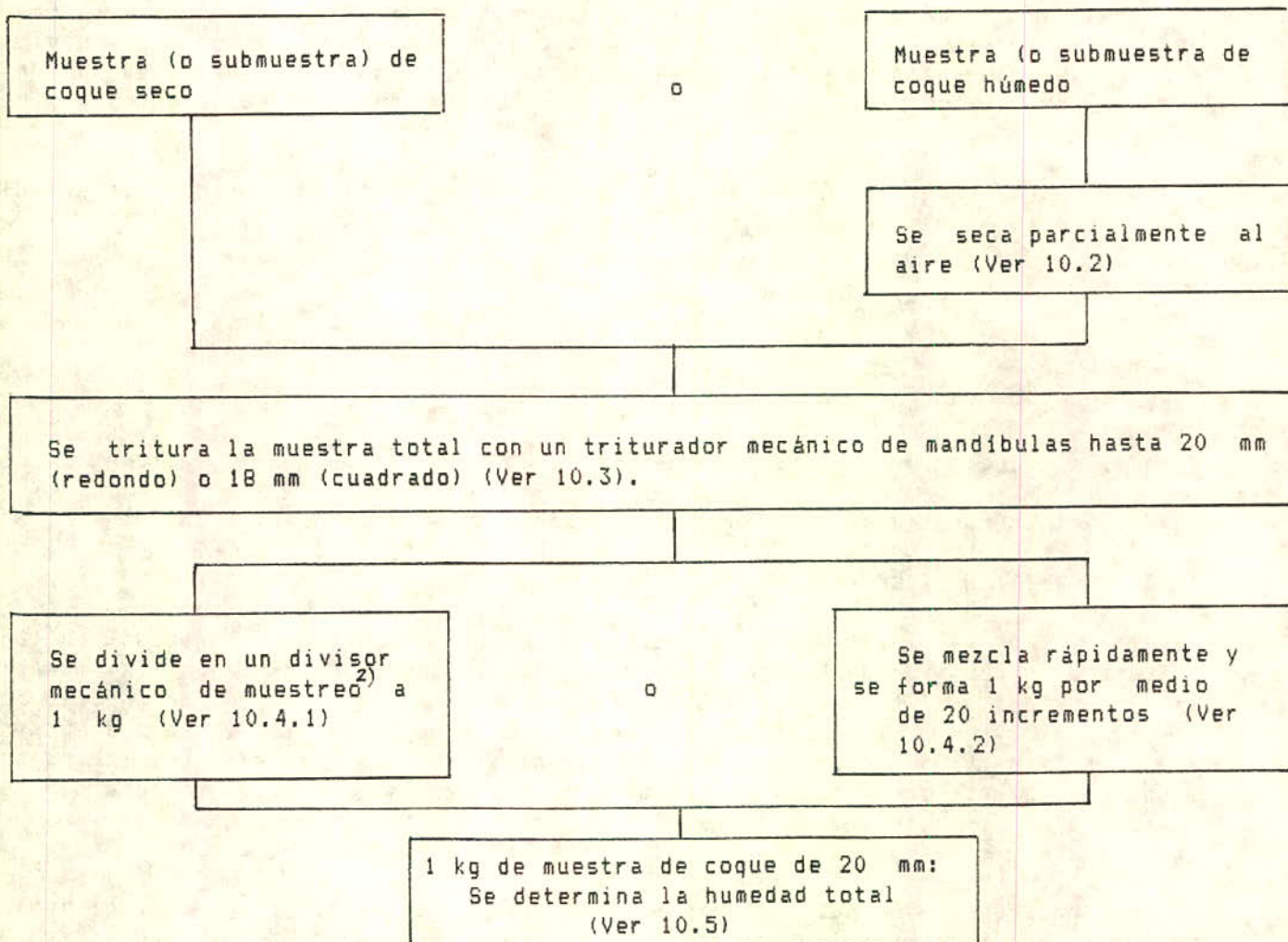
Las muestras que están visiblemente húmedas y aquellas con una humedad que exceda al 15% se secan parcialmente al aire como se describe en 10.2 antes de la reducción y división¹⁾.

Es importante tomar precauciones para prevenir pérdida de humedad durante estas operaciones, las cuales se deben realizar en un espacio cerrado, con techo y libre de corrientes de aire. El tiempo total tomado para triturar y dividir el coque no debe exceder de 15 min y es por lo tanto importante triturar el coque rápida y mecánicamente.

1) En esta Norma Venezolana, "reducción" significa disminución del tamaño de partículas, y "división" significa disminución del peso de la muestra, ver la Norma Venezolana COVENIN 1669.

DIAGRAMA A

PREPARACION DE 1kg DE MUESTRA DE COQUE PARA HUMEDAD TOTAL



2) Puede ser necesario más de un pase.

10.2 MUESTRAS VISIBLEMENTE HUMEDAS

Si las muestras están visiblemente húmedas o con humedad que exceda al 15% se deben secar parcialmente al aire de la siguiente forma:

Se pesa el total de la muestra en su recipiente en una balanza, la cual se debe leer a una exactitud menor de 100 g. Sobre un plato de acero se extiende una capa delgada de la muestra en un cuarto ventilado y tibio, se mantiene allí hasta que no haya humedad visible en el coque o en el plato de acero. El tiempo mínimo de exposición debe ser 12 h. Mientras tanto, se seca y se pesa el recipiente. Se toma la muestra seca al aire en el recipiente original y se pesa nuevamente. Se registra la pérdida de peso en la etiqueta del recipiente de la muestra. Alternativamente se seca parcialmente la muestra en un horno grande de 200 °C por 4 h o durante la noche si es más conveniente. Se procede como se describe en 10.3 y 10.4.

Después de determinar la humedad (Ver 10.5) se calcula la humedad total HT, utilizando la siguiente fórmula:

$$HT = X + h \left(1 - \frac{X}{100} \right)$$

Donde:

X = es el porcentaje de pérdida en el secado parcial (tomado de la etiqueta).

h = es el porcentaje de humedad determinado como se describe en 10.5.

10.3 REDUCCION DE MUESTRA

El total de la muestra se debe triturar hasta el tamaño requerido en una trituradora mecánica de mandíbula de un tamaño y tipo que permita que la muestra sea triturada a un tamaño nominal de 20 mm, de tal forma que contenga no más del 5% mayor de 20 mm. El tiempo tomado para triturar 50 kg no debe exceder de 5 min. En el proceso se debe tomar el tiempo ocasionalmente para asegurar que este no sea excedido. Es importante que el triturador utilizado sea capaz de triturar en el tiempo especificado los tamaños mayores de coque que han de ser muestreado. En el anexo y en la figura 3 se indican detalles de un aparato típico.

La trituradora de mandíbula se debe instalar convenientemente cerca de los puntos de muestreo para minimizar el transporte y colocarse sobre un piso uniforme de concreto o una placa de acero al manganeso, la cual se debe barrer hasta limpiarla. Se deben tomar precauciones contra la pérdida de humedad por una ventilación indebida o pérdida de muestra como polvo.

10.4 DIVISION DE LA MUESTRA

Se debe adoptar según sea lo más conveniente, división mecánica o manual, siendo preferible la primera.

10.4.1 División mecánica

La toma de 1 kg de muestra (Ver también 10.4.3) a partir de la muestra triturada se puede realizar mecánicamente.

Los dos tipos de divisor descritos en el anexo e ilustrados en las figuras 4 y 5 se han encontrado satisfactorios. Para ambos son necesarios dos pases de máquina para dividir cerca de 70 kg de muestra a 1 kg. El número de pases se puede incrementar, si esto se hace necesario para alcanzar la precisión deseada.

Para el divisor tipo recipiente (figura 4) el primer pase consiste de dos o tres etapas en cada una 20 kg se dividen a muestras de 1 kg, luego en el segundo pase de 2 kg a 3 kg se dividen a muestras que dan un producto de 1 kg.

Para el divisor tipo cono (figura 5), el recipiente de alimentación se invierte sobre el embudo superior, el cual contendrá cerca de 35 kg de coque. Con la abertura fijada alrededor de $1/8$ a $1/10$, de 3 a 5 kg de coque caen en el envase de la muestra y el remanente en el envase de rechazo donde se descarga. El segundo recipiente con 35 kg se invierte sobre la parte superior del divisor de tal forma que después de los pases el envase de la muestra contenga cerca de 8 kg. Esta cantidad de coque se retorna al alimentador y después del segundo pase el envase de muestra contendrá cerca de 1 kg de coque. Mediante el ajuste del ancho del sector variable del cono, es posible utilizar el mismo arreglo para ambos pases de tal forma que den la muestra de 1 kg requerida.

Para ambos tipos de divisores es importante que la operación completa se realice en 15 min o menos, para prevenir pérdida de humedad.

Las máquinas se deben instalar de tal forma que el producto del triturador de mandíbula se descarge directamente dentro de la tolva de alimentación del divisor de muestra, de tal forma que la reducción y división pueda proceder en secuencia. Se deben tomar precauciones para prevenir ventilación indebida.

10.4.2 División manual

La muestra triturada se debe mezclar rápidamente sobre el piso con una pala, luego se apila y extiende en forma de franja. Se debe tomar precaución para evitar pérdida de humedad por prolongada exposición al aire, o por indebida ventilación.

Se deben tomar por lo menos 20 incrementos, de aproximadamente igual masa, desde varios puntos de la pila o franja hasta obtener 1 kg. Se deben tomar uniformemente los incrementos de todas partes de la muestra e incluir el material más fino de las capas más bajas, introduciendo el ancho completo de la pala cada vez hasta el fondo del coque y retirando el material de la parte más profunda de éste; en el caso de una tira los incrementos se deben tomar a todo lo ancho de ésta.

La muestra de humedad se debe colocar en un envase cerrado y determinar el contenido de humedad tan pronto como sea posible.

10.4.3 Muestras de reserva

Si se necesita una segunda muestra como reserva o muestra de verificación, al mismo tiempo se deben tomar muestras duplicadas de 1 kg, ya sea modificando adecuadamente el procedimiento descrito en 10.4.1 o tomando incrementos alternados cuando se lleve a cabo el procedimiento descrito en 10.4.2. No es satisfactoria la toma de una muestra de 2 kg que se divide subsecuentemente.

10.5 DETERMINACION DE HUMEDAD

La muestra de 1 kg para humedad, tomada como se describe en 8.1, se debe llevar al laboratorio en un recipiente cerrado y la humedad se determina según la Norma Venezolana COVENIN 2508.

Cuando en la preparación de la muestra se ha utilizado el secado al aire, según 10.2, el porcentaje de pérdida de humedad en esta operación se debe registrar sobre la etiqueta con una referencia del método de muestreo y preparación utilizado.

10.6 REDUCCION ADICIONAL DE MUESTRAS PARA ANALISIS GENERAL

Después de la determinación de humedad, las muestras secas se pueden utilizar para la preparación de muestras para análisis general, como se describe en el capítulo 11.

11 PREPARACION DE MUESTRAS PARA ANALISIS GENERAL

11.1 GENERAL

El procedimiento para la preparación de 60 g de muestra para el análisis general se indica en forma esquemática en el diagrama B.

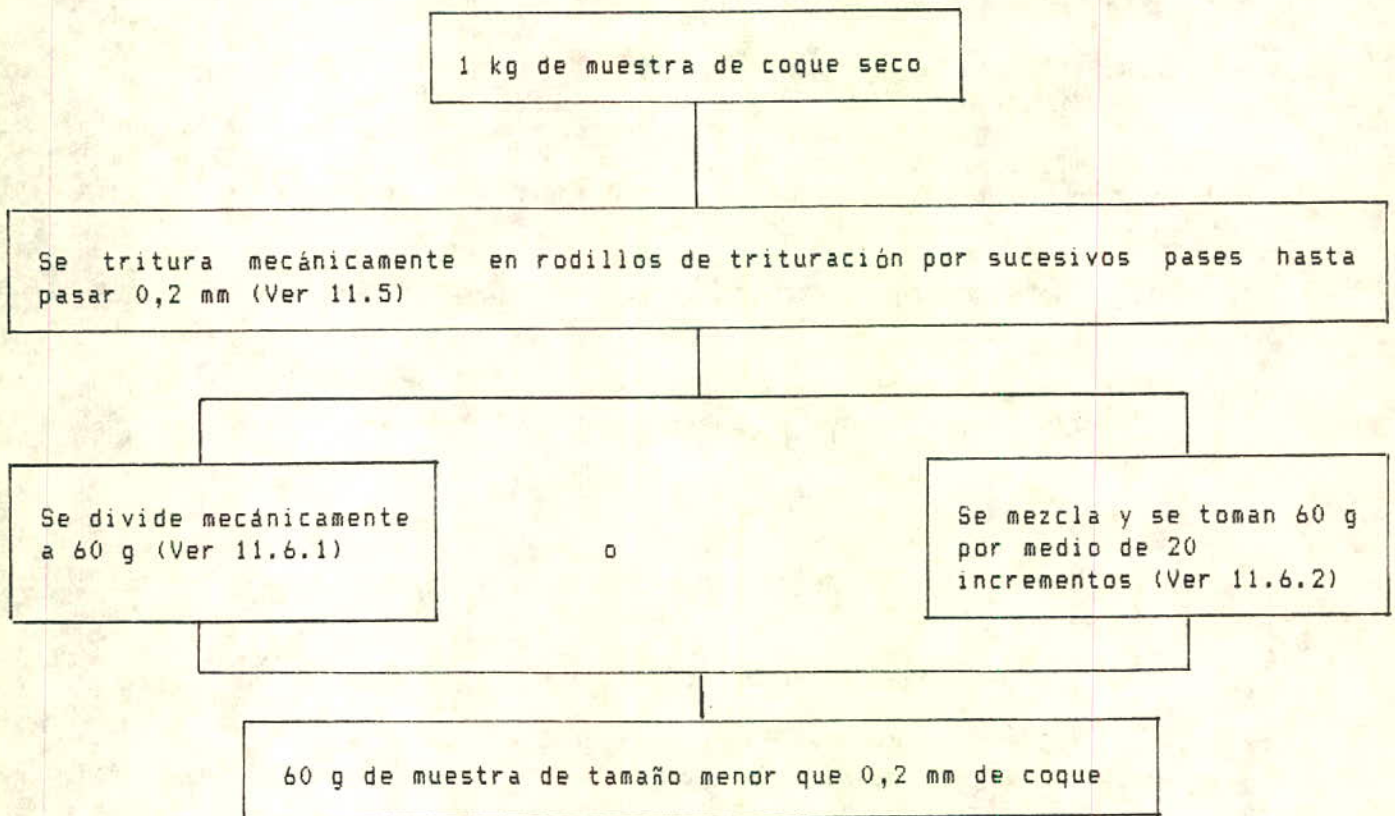
El material utilizado puede ser 1 kg de muestra de coque que se ha secado en la determinación de humedad total (Ver 10.5).

Alternativamente, otra muestra de 1 kg se puede preparar como se describe en el capítulo 10 y luego ser secada.

El proceso de preparación de muestra, el cual envuelve dos operaciones distintas, reducción y división de muestra, puede conducir a errores debido a contaminación, segregación y pérdida.

DIAGRAMA B

Preparación de 60 g de muestra de tamaño menor que 0,2 mm de coque para análisis general.



11.2 CONTAMINACION

El error de contaminación aparece por la naturaleza abrasiva del coque, que tiende a desgastar la superficie del acero, hierro fundido o porcelana y si es utilizada una acción de frotamiento, la mayoría de las superficies utilizadas para el equipo de molienda. Este error puede ser hasta el 3% de ceniza si la muestra seca se reduce a 0,2 mm, mediante frotación sobre una superficie de hierro fundido. Aunque la contaminación, generalmente implica la presencia de óxido de hierro en la ceniza derivado de una superficie de hierro para molienda, también puede involucrarse un aumento en el contenido de fósforo si se utilizan superficies de hierro fundido. El error de contaminación nunca puede eliminarse completamente, pero puede ser reducido a proporciones bajas si se utilizan los métodos y equipos recomendados. Otros métodos de reducción de tamaño tales como frotamiento contra metal u otras superficies, no son satisfactorios y no se deben utilizar.

11.4 SEGREGACION

El error de segregación aparece como resultado de la naturaleza heterógena del coque y de la dificultad de mezclar uniformemente cualquier coque en el cual haya un amplio rango de tamaños. Es por lo tanto importante mezclar el coque totalmente para obtener una muestra representativa.

El error de segregación aumenta con la ceniza en el coque y el tamaño al cual se realiza la división.

Aún para coques de elevada ceniza, si el tamaño de partícula se reduce a 0,2 mm, antes que ocurra la división, el tamaño requerido para análisis general puede ser disminuido.

11.4 PERDIDA

Es importante que se tomen precauciones, para prevenir pérdida de material fino durante las operaciones.

11.5 REDUCCION DE TAMAÑO DE PARTICULA

La reducción de tamaño de 1 kg de muestra de coque seco (Ver 10.3) para pasar un cedazo de 0,2 mm se debe realizar por un método adecuado, tal como triturar en rodillos de trituración de acero al cromo.

El coque se debe triturar en sucesivos pases hasta que toda la muestra sea menor de 0,2 mm. Los rodillos deben ser capaces de triturar a este tamaño sin causar contaminación. Un modelo de rodillos de trituración adecuado se muestra en el anexo en la figura 6. La rueda de mano se ajusta de tal manera que la separación entre los rodillos o la presión sobre ellos se adecúe al grado de reducción en cada paso de la muestra. La fijación de los rodillos para los primeros tres pases debe ser tal que se obtenga 95% através de 4 mm, 2 mm y 1 mm respectivamente. Para posteriores pases se debe utilizar la fijación del tercer pase.

11.6 DIVISION DE LA MUESTRA

Se debe adoptar división mecánica o manual, según sea apropiado, siendo preferida la primera.

11.6.1 Reducción mecánica

Un divisor adecuado que permite obtener una muestra de coque de 60 g de tamaño menor que 0,2 mm se describe en el anexo y se ilustra en la figura 7.

11.6.2 Reducción manual

Si no se dispone de un divisor de muestras mecánico, la muestra se debe mezclar y extender en una pila plana, tomándose manualmente de varias partes de la pila una muestra de 60 g en no menos de 20 incrementos.

11.7 MEZCLA DE LA MUESTRA PARA ANALISIS

La muestra se debe mezclar antes de ser colocada en el recipiente de almacenaje.

11.8 ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

La muestra para análisis general se debe almacenar en un recipiente adecuado con una tapa sellada contra el aire. Un frasco de vidrio con tapa roscada es un recipiente conveniente. Una descripción de la muestra se debe colocar al recipiente.

ANEXO

APARATOS

A.1 TRITURADOR DE MANDIBULA

El ejemplo mostrado (fíg 3) tiene mandíbulas aserradas de tamaño 0,25 mm, fabricadas de fundición templada o aleación de hierro y es capaz de triturar coque de granulometría mayor que 20 mm hasta pasar 15 mm a la velocidad de 50 kg en 5 min.

Esta máquina requiere un motor de 5 Hp y se opera a una frecuencia rotacional de 250 min.⁻¹. El material triturado se puede tomar ya sea en un recipiente metálico colocado debajo de la máquina o en otra parte, descargado directamente por medio de un canal de acero sobre un piso uniforme. La abertura de la mandíbula no se debe ajustar demasiado estrecha, de otra forma el coque se tritura demasiado fino y la velocidad de trituración se reducirá por debajo de la norma cerca de 50 kg en 5 min.

La abertura de la mandíbula de la máquina que se ilustra, es ajustable mediante variación de la longitud de la rosca visible y se debe fijar para dar una abertura nominal de 15 mm.

A.2 DIVISORES ROTATORIO GRANDE DE MUESTRA

A.2.1 Tipo recipiente

Un divisor de muestra tipo recipiente se ilustra en la figura 4. Consiste de un embudo, un cono truncado invertido con una abertura adecuada para dar la velocidad de salida requerida, un cono fijo para distribuir el coque y un receptor con varios recipientes sobre una base rotatoria, girando a 60 min⁻¹. El receptor contendrá 25 kg de coque de hasta 15 mm pero, para hacer más fácil el rechazo de desperdicios, se utilizan tres recipientes (cada uno de área igual a 1/4 del receptor) y el segmento remanente de 1/4 se llena por dos 1/12 y dos 1/24 recipientes. Cada recipiente 1/12 y 1/24 tiene un lado extendido que forma un labio que engancha en el recipiente adyacente. Un recipiente de 1/24 debe ser hecho preferiblemente de acero inoxidable. Con 25 kg de coque, el recipiente de 1/24 contendrá aproximadamente 1 kg de coque menor que 15 mm, de tal forma que ésta sea la muestra requerida y el resto sea rechazado. Se recomienda tomar en 1 min el coque. El embudo es contrabalanceado con pesas en los miembros del lado hueco, de tal forma que pueda ser elevado para retirar los recipientes.

La fracción retenida después del primer pase depende del peso de la muestra, la fracción retenida después del segundo pase de un peso justo por encima de 1 kg.

A.2.2 Tipo cono

Un divisor de muestra del tipo cono rotatorio se ilustra en la figura 5. Consiste de una tolva para contener el coque, un cono invertido con una abertura y dos toberas recolectoras, descargando con recipientes que contenga la muestra y el coque rechazado.

El coque se alimenta desde el reservorio através de un tubo cilíndrico sobre la superficie del cono. Este tiene una abertura formando un sector del cono, el cual se puede ajustar, de tal forma que su área varíe desde 5% al 20% de la superficie del cono.

El cono se opera a una frecuencia rotacional de 20 min⁻¹ por un motor de 0,1 HP. Cuando el coque cae sobre el cono se deflecha hacia afuera dentro del canal grande de distribución y entonces cae en el embudo de rechazo. Cuando la abertura en el cono está por debajo de la alimentación, el coque cae dentro del receptáculo circular más pequeño y por lo tanto dentro del recipiente de recolección. Las aberturas se ajustan para dar una fracción de 1/8 a 1/10 en el primer pase y un producto aproximadamente de 1 kg en el segundo.

Todos los recipientes se sellan para prevenir pérdida de humedad.

Las partes del divisor de muestra se pueden ajustar verticalmente relativo a uno y a otro sobre las cuatro partes de la esquina del aparato y donde la descarga puede ser desviada a rechazo y posiblemente la alimentación sea recibida directamente de la trituradora de mandíbulas sobre una plataforma a un nivel superior. Alternativamente, si la descarga puede ser arreglada de tal forma que vaya el desperdicio a un nivel inferior, el punto de alimentación, se puede reducir a una altura conveniente de operación.

A.3 RODILLOS DE TRITURACION

Los rodillos de trituración ilustrados en la figura 6 son de 0,2 mm de diámetro y 80 mm de cara, son fabricados de acero al cromo y operados a una frecuencia rotacional de 150 min⁻¹. La brecha entre rodillos o la presión sobre los rodillos, se controla por medio de carga de resortes de los cojinetes del rodillo posterior y se ajusta mediante la variación de la posición del rodillo frontal por medio de ruedas de mano.

Sobre los rodillos está una caja de alimentación con un distribuidor, el cual se opera mecánicamente para la mayoría de los pases, pero se debe operar manualmente para cargar toda la alimentación.

Los rodillos están colocados sobre soportes laterales adecuados de tal forma que una caja se pueda insertar para recolectar el producto. La caja se debe fabricar a prueba de polvo para prevenir pérdida de la muestra.

Mediante el sellado de las posibles salidas de polvo, la pérdida de muestra se puede reducir a alrededor del 5%.

Preferiblemente, los rodillos se deben mantener en una atmósfera de menos de 80% de humedad relativa para evitar corrosión.

Después de un uso continuo por un largo período, los rodillos se desgastan y con los lados de los rodillos en contacto, una separación de 1,5 mm en el centro es suficiente para justificar un nuevo reesmerillado.

A.4 DIVISOR ROTATORIO PEQUEÑO DE MUESTRA

Un divisor de muestra adecuado de hasta 1 kg de coque con granulometría menor que 0,2 mm se ilustra en la figura 7.

Consiste de un embudo o tolva con lados inclinados para proporcionar un flujo continuo, desde donde el coque pasa através de una abertura, la cual es variable, de acuerdo al tamaño del coque y se fija para pasar 1 kg en 1 min sobre un cono fijo, luego pasa a un receptor cilíndrico rotatorio, la muestra será la fracción adecuada (1/16, 1/18 ó 1/12) que se toma en el recipiente y el remanente será desecho.

El receptor cilíndrico se rota a 64 min⁻¹ por un motor y engranaje de reducción de 0,1Hp.

Un embrague permite que el embudo o tolva se fije sobre el cilindro durante el uso y oscile hacia un lado para el vaciado.

A.5 IMPLEMENTOS DE MUESTREO

A.5.1 Cucharones

Los cucharones de muestreo se deben fabricar con hojas de acero de aproximadamente 2,5 mm de espesor de acuerdo a las dimensiones dadas en la figura 8. Deben estar equipados con un asa de longitud apropiada.

A.5.2 Palas

Los tamaños normalizados de las palas se numeran en la tabla 5.

TABLA 5 TAMAÑOS DE PALAS

No. PALA	DIMENSIONES DE LA HOJA	
	LARGO (m)	ANCHO (m)
1	0,32	0,25
2	0,40	0,33

Para el muestreo desde vagones de descarga lateral es necesario utilizar una pala con una pestaña en la parte posterior de la hoja como se muestra en la fig. 9.

A.5.3 Cucharón de doble asa

El cucharón de doble asa mostrado en la figura 10 consiste de un marco cuadrado o bastidor de acero de 0,3 m que soporta un recipiente poco profundo. Este se fabrica de un pedazo de lona u otro material flexible fijado sobre un alambre rígido de 10 mm de longitud, 0,3 mm de área sujeto a la parte inferior del marco. Se fijan a los extremos del marco ejes de madera de 1,2 m y 1,5 m de longitud respectivamente y el eje más corto lleva un mango en forma de V.

A.5.4 Dispositivo para el muestreo

En el muestreo para humedad desde vagones con descarga lateral se aconseja utilizar un dispositivo seleccionado para asegurar que se obtiene un incremento del tamaño correcto. Un dispositivo adecuado para la toma de muestras se ilustra en la figura 11.

A.6 CABALLETES PARA VAGONES DE DESCARGA

En el muestreo en vagones con descarga lateral, será probablemente necesario elegir uno o dos caballetes especiales para lograr un acceso fácil a la pared de coque en el vagón parcialmente vacío. Estos caballetes, o sus rieles protectores, deben ser movibles de tal forma que no sea chocado por el vagón cuando se descarga.

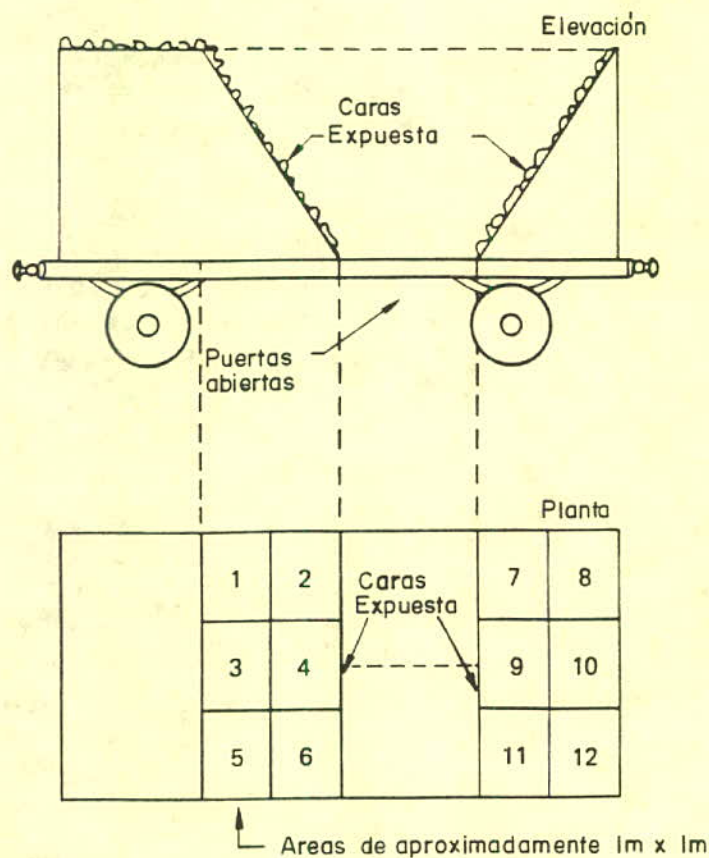


Figura 1 CARAS EXPUESTAS DEL VAGON

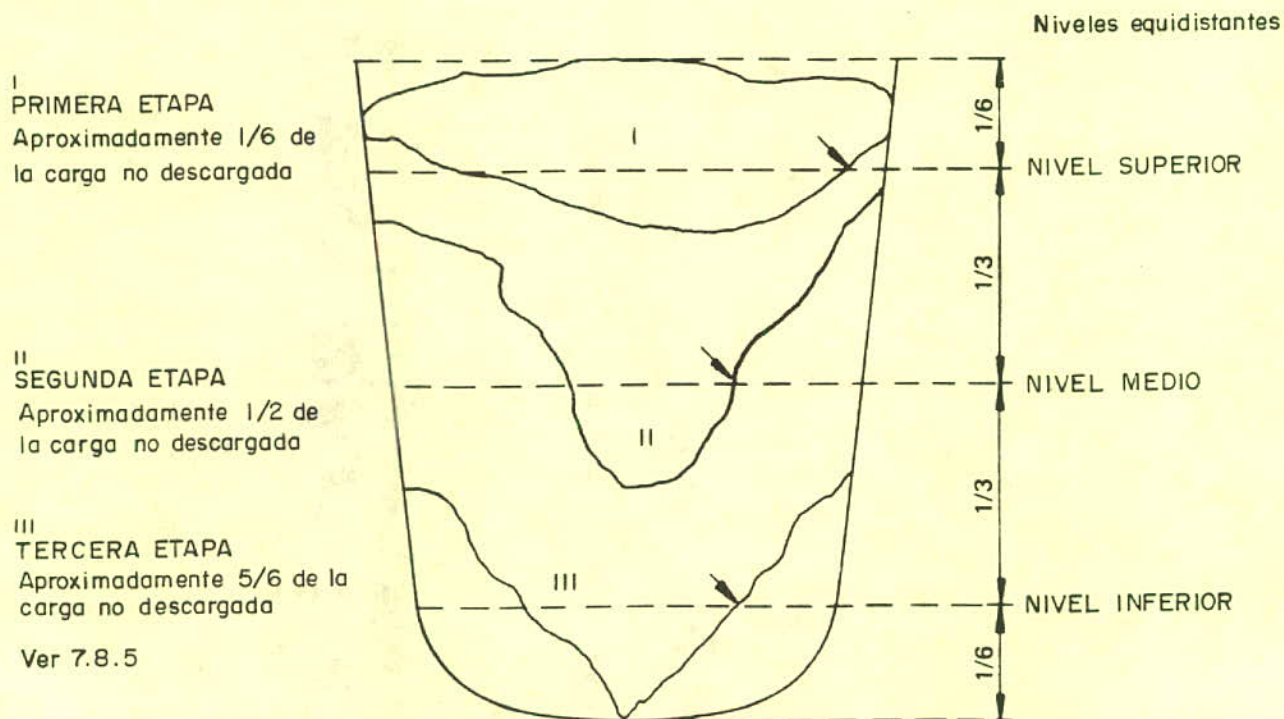


Figura 2 MUESTREO DE UNA BODEGA DE BARCO
(HUMEDAD Y CENIZA)

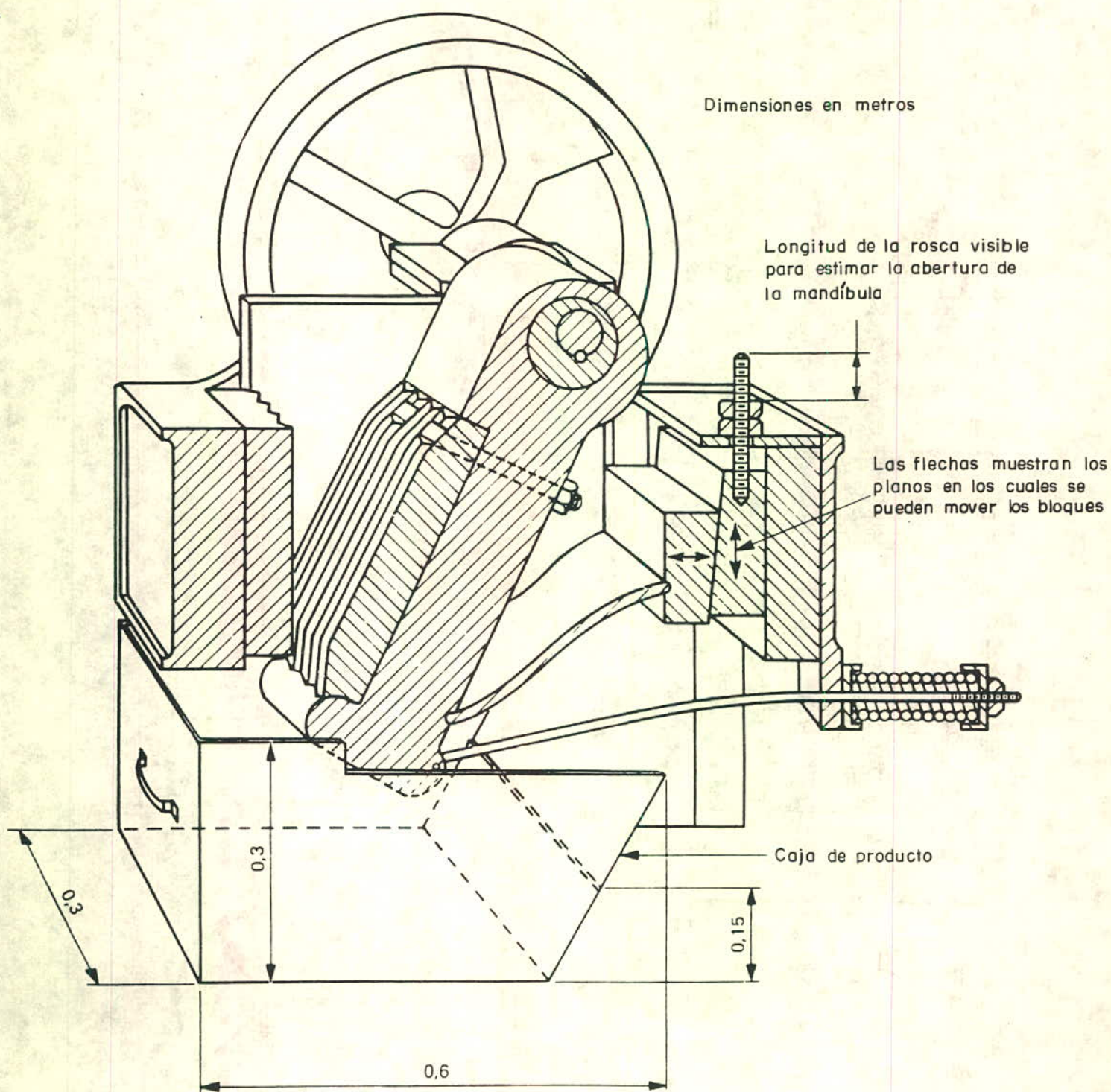


Figura 3 TRITURADORA DE MANDIBULA CON CAJA DE PRODUCTO

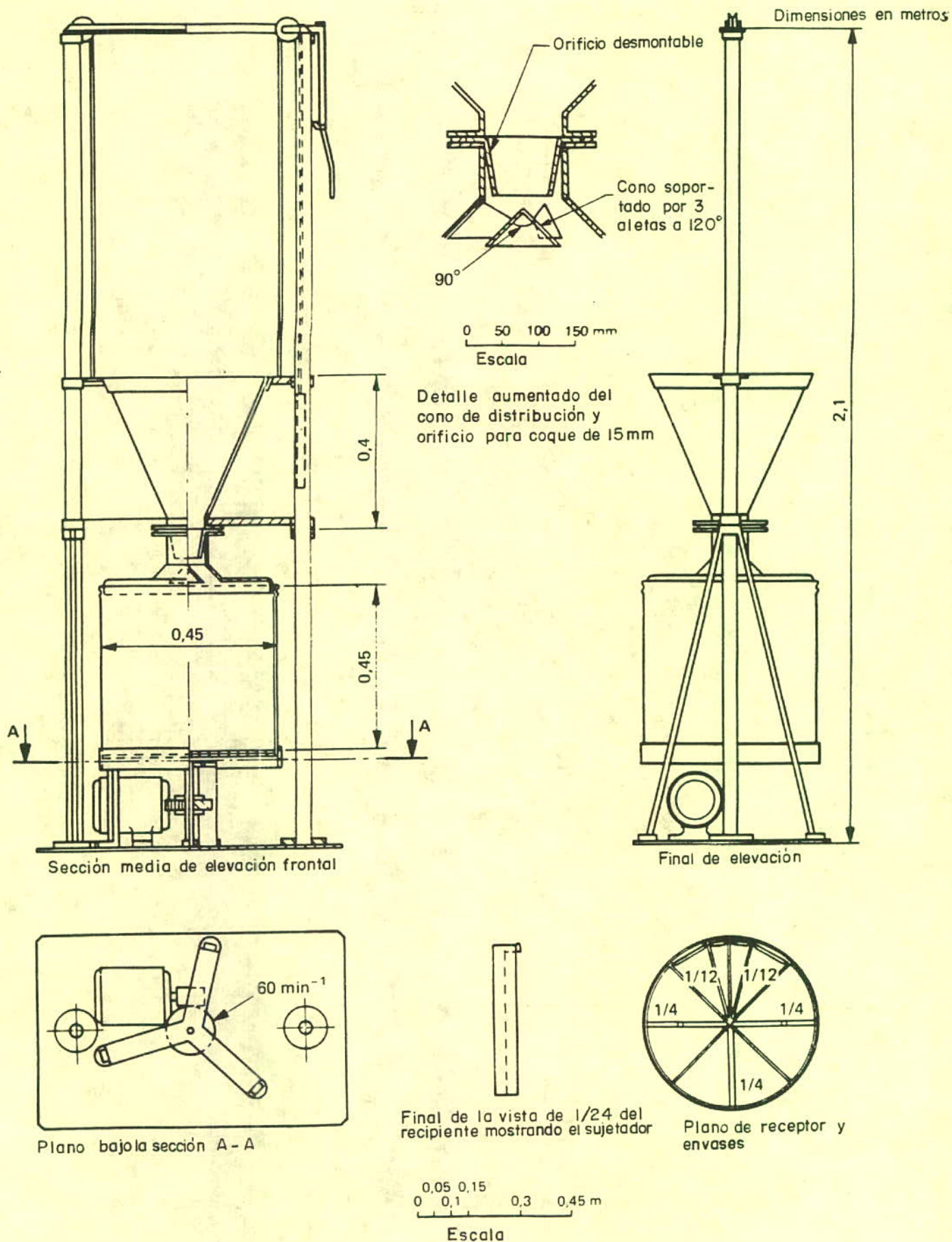


Figura 4 DIVISOR DE MUESTRA - TIPO RECIPIENTE

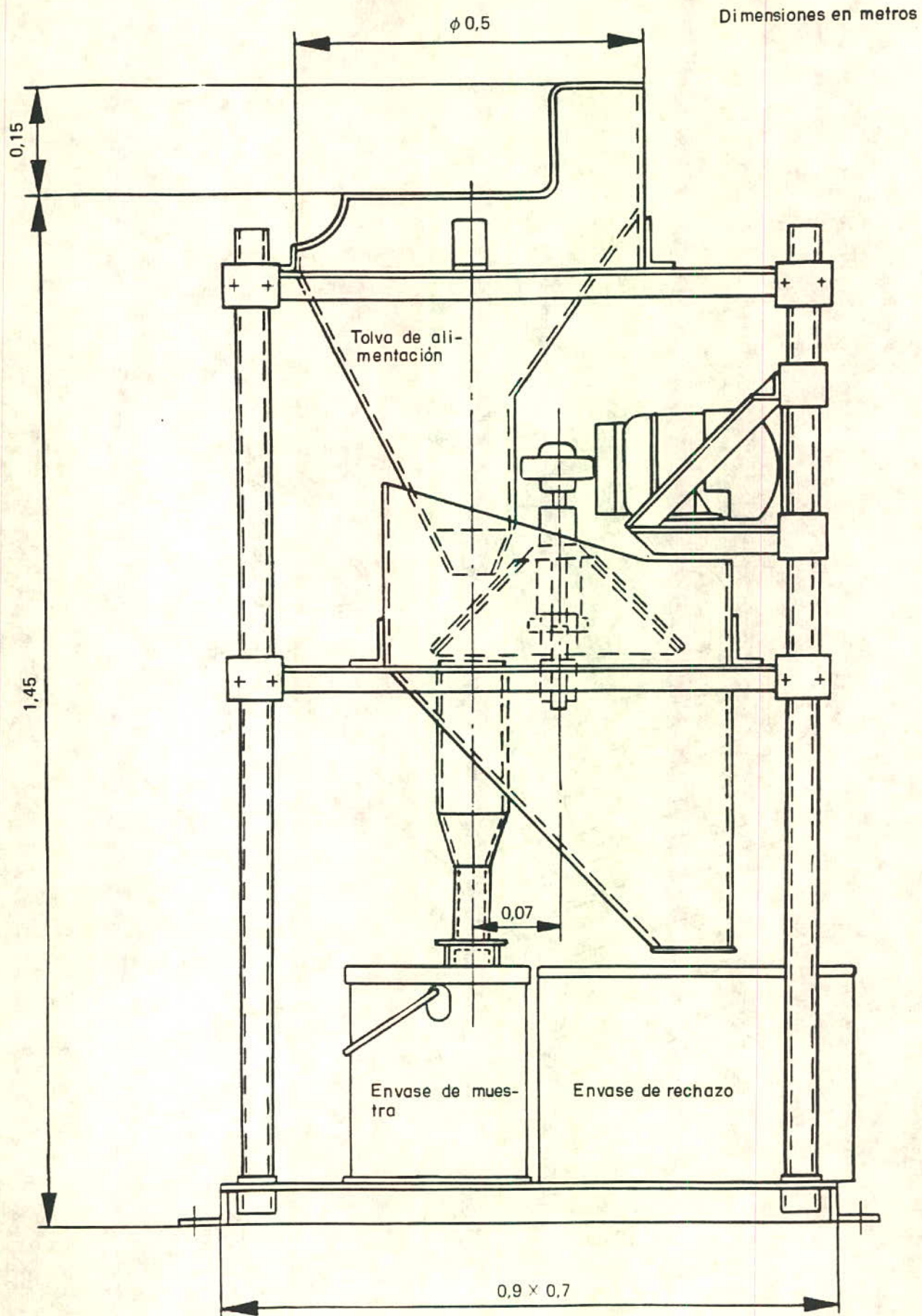


Figura 5 DIVISOR DE MUESTRA- TIPO CONO

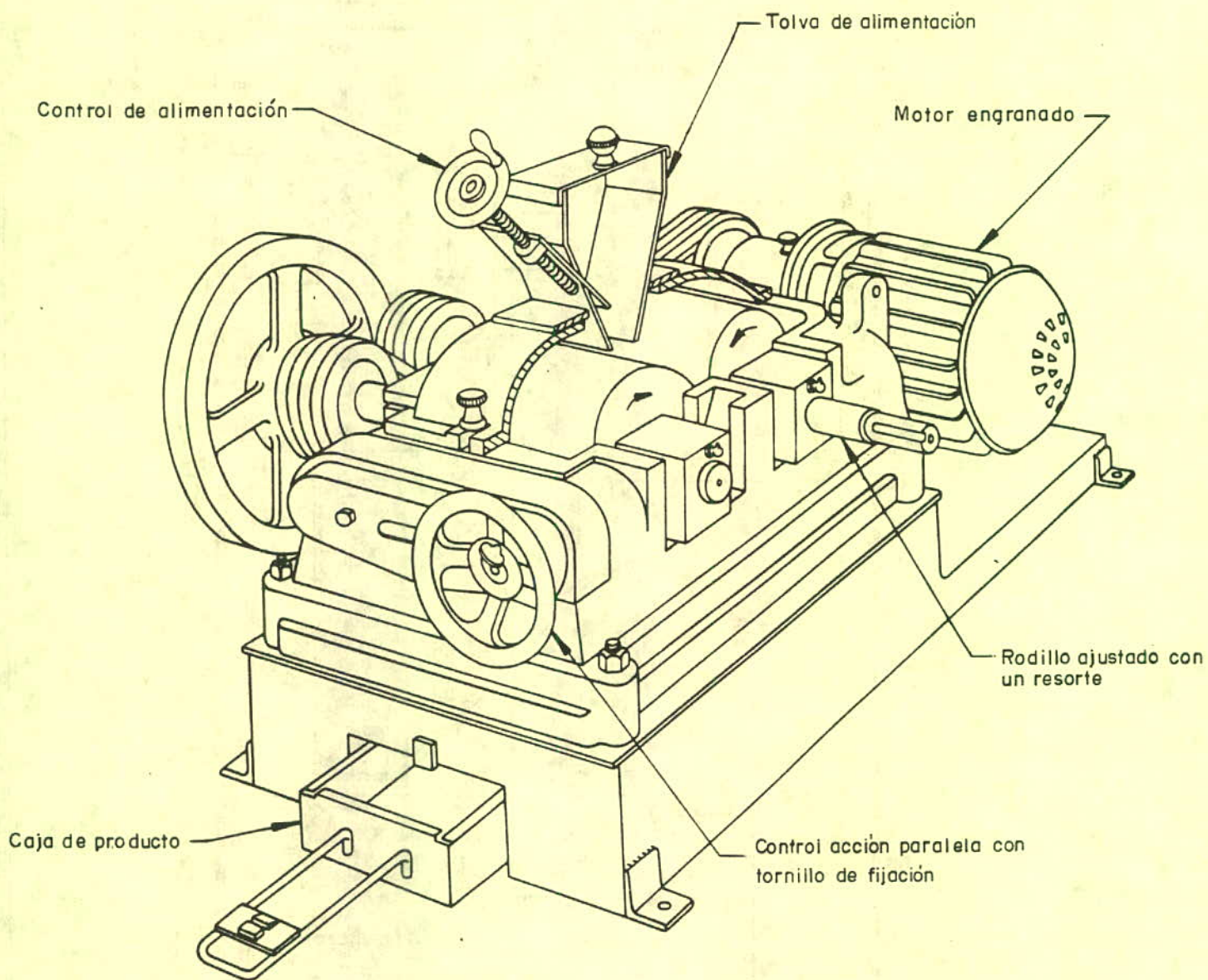


Figura6 RODILLOS DE TRITURACION PARA LABORATORIO

Dimensiones en metros

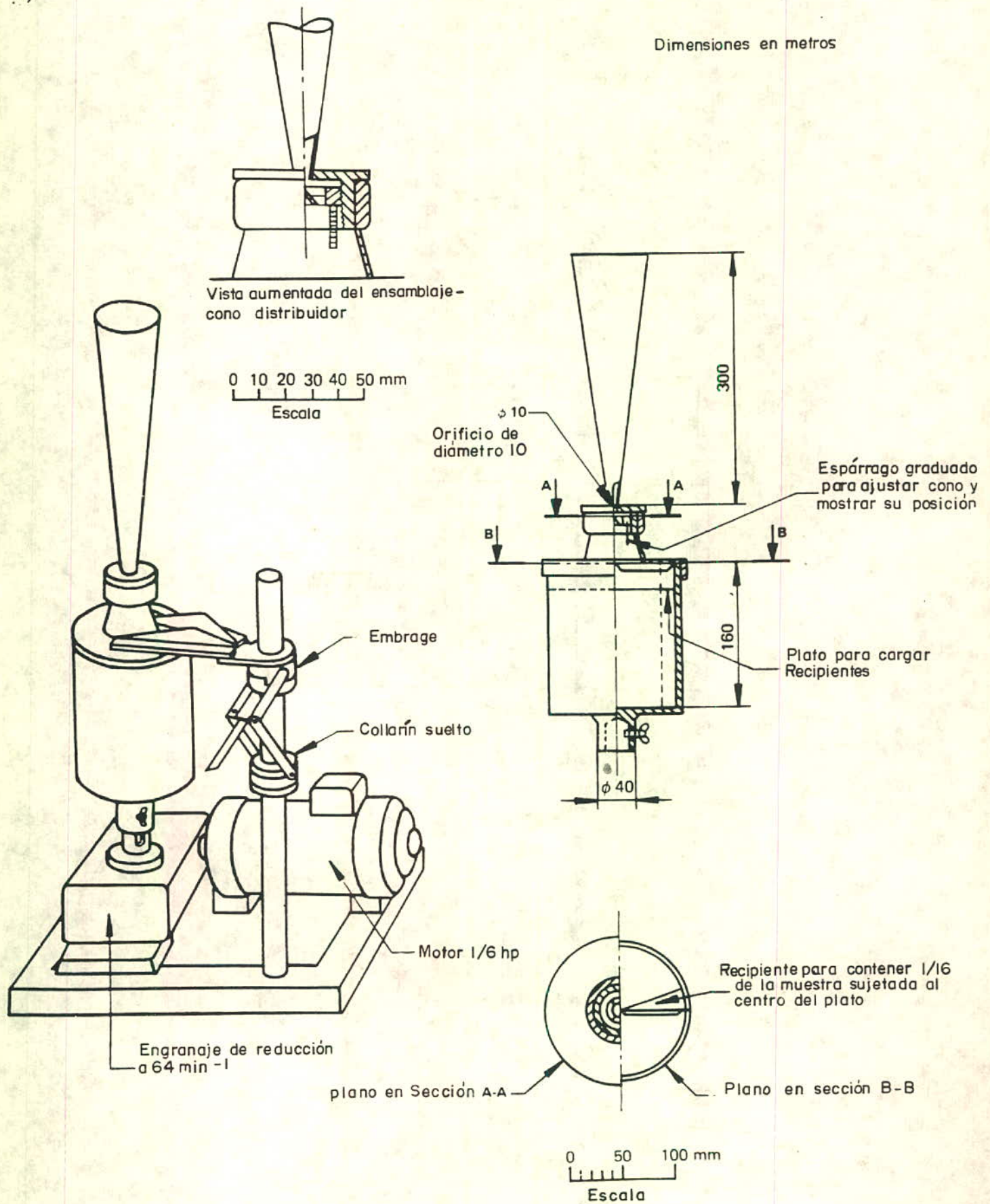
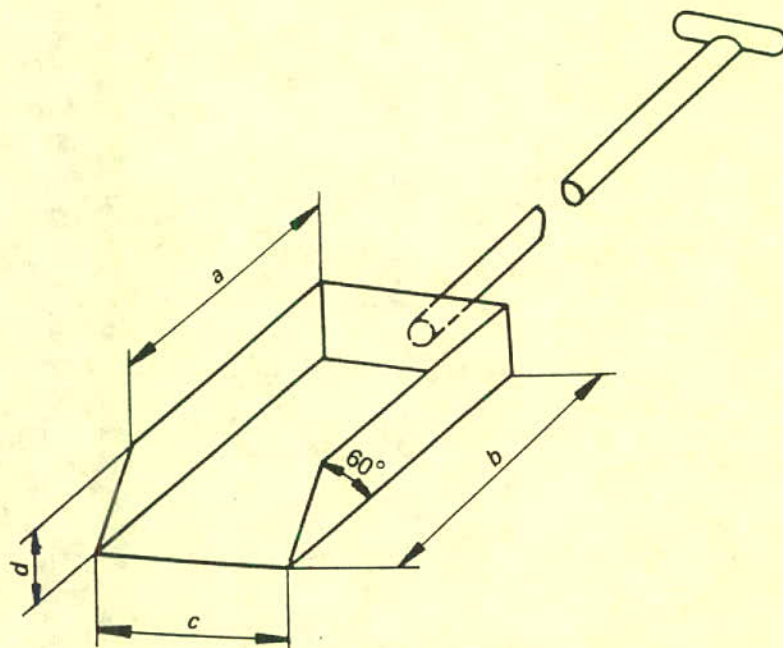


Figura 7 DIVISOR ROTATORIO PEQUEÑO DE MUESTRA



Numero de cucharón	Capacidad nominal de cucharón	a	b	c	d
	kg	m	m	m	mm
1	1	0,23	0,30	0,13	75
2	2	0,25	0,33	0,23	75
3	4	0,30	0,38	0,30	75
4	10	0,30	0,40	0,30	200

Figura 8 CUCHARON DE MUESTREO

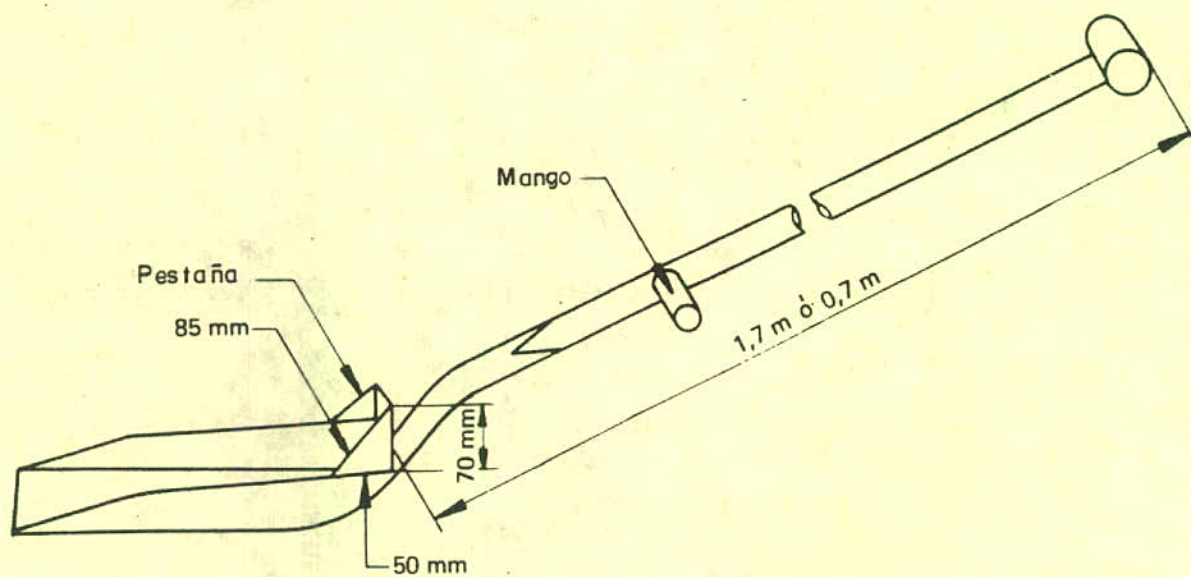
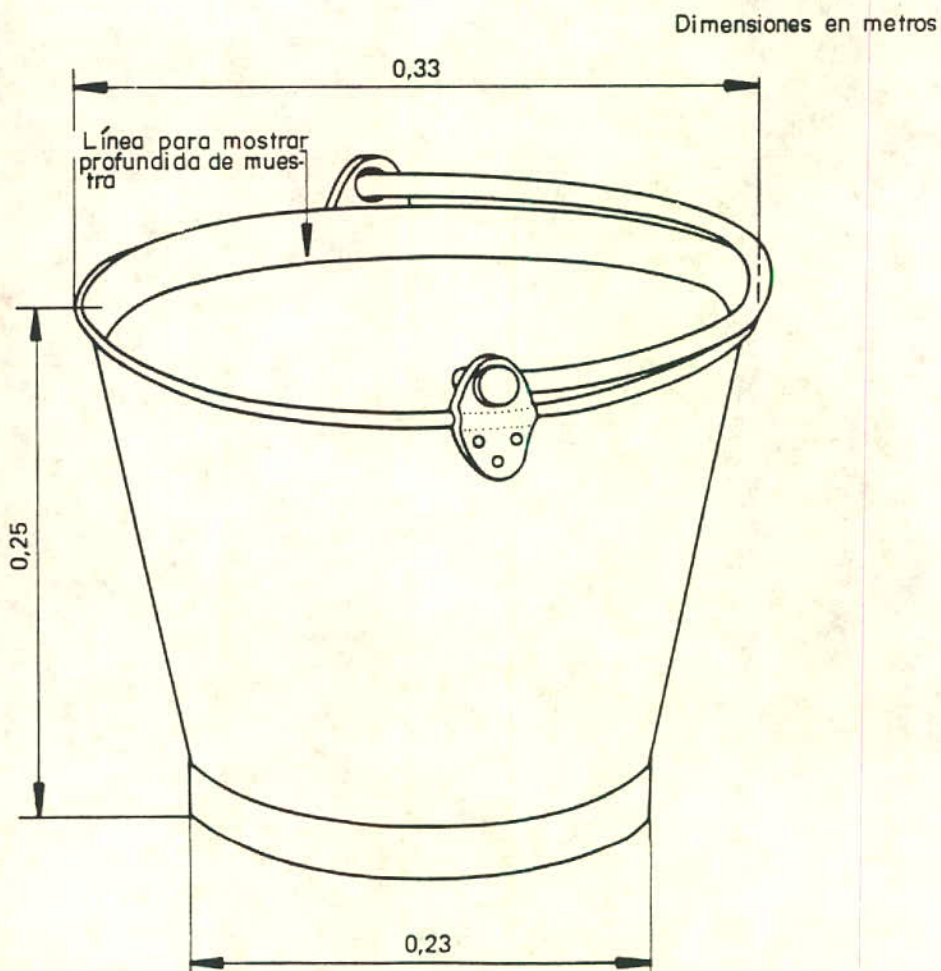
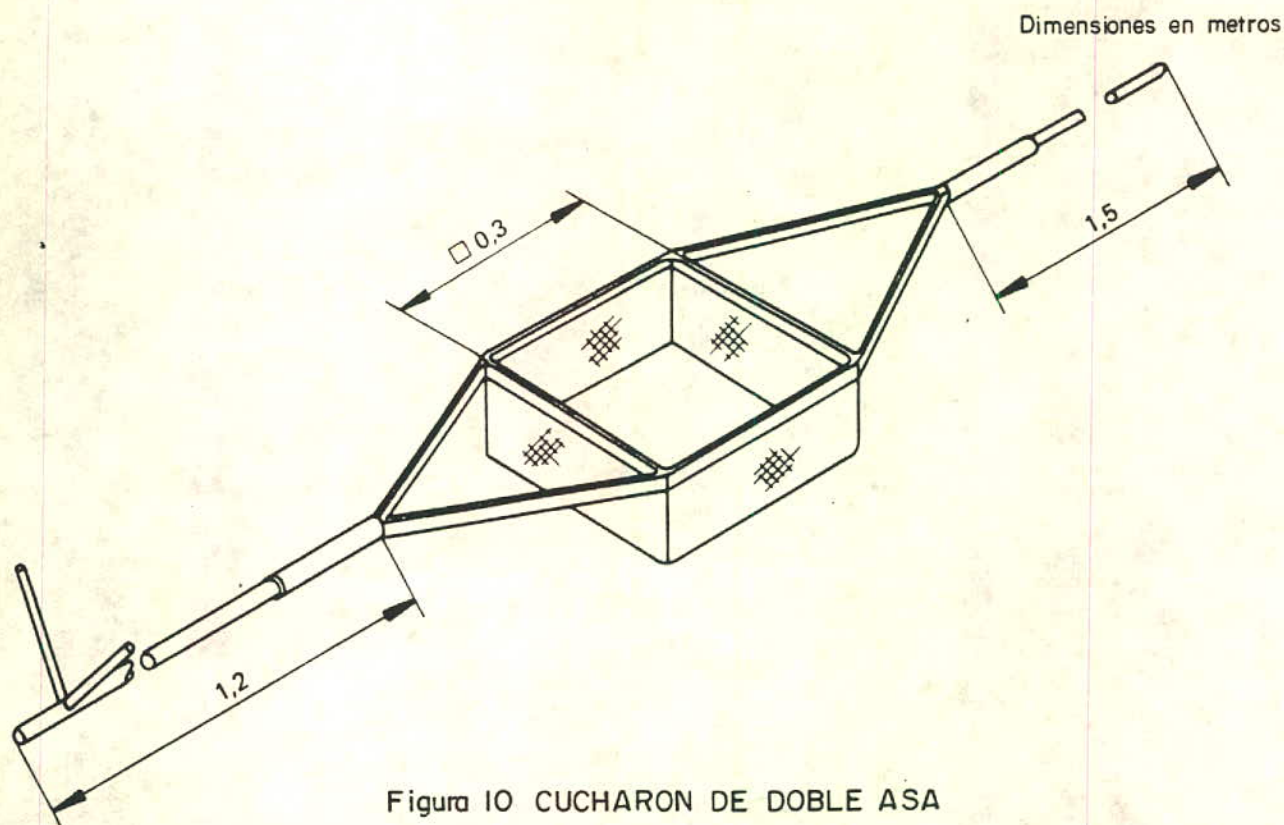


Figura 9 PALA MODIFICADA



COVENIN
2509-88
ISO 2309-80

CATEGORIA E

COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12
CARACAS

publicación de:



FONDONORMA

CDU 662.749.2:620.113

ISBN 980-06-0282-8

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
