UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

CONTROL QUIMICO DE UNA PLANTA DE COQUIZACION

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

QUIMICO METALURGICO

P R E S E N T A

ANTONIO SALAZAR PINEDA

MEXICO, D. F. 1972

Universidad Nacional Autónoma de México
UNAM
Biblioteca Central
Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

192

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

CONTROL QUIMICO DE UNA PLANTA DE COQUIZACION

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

QUIMICO METALURGICO

P R E S E N T A

ANTONIO SALAZAR PINEDA

MEXICO, D. F. 1972

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE :

PRESIDENTE	Q.M. Eduardo Shmitter Villada
VOCAL	I.Q. Alberto Obregón Pérez
SECRETARIO	Q.M. Arnoldo Espinosa de Luna
1er. SUPLENTE	I.Q. Hugo Fernández Pérez
2o. SUPLENTE	I.Q. Alberto Cervantes Alvarez

Asesor del Tema: Q.M. Arnoldo Espinosa de Luna

Sitio donde se desarrolló el tema: Altos Hornos de México, S.A., Monclova, Coah.

CONTROL QUIMICO DE UNA PLANTA DE COQUIZACION.

1.- INTRODUCCION.

2.- GENERALIDADES.

3.- PROCESO.

4.- MUESTREO.

5.- ANALISIS E INTERPRETACION.

6.- CONCLUSIONES.

7.- BIBLIOGRAFIA.

- INTRODUCCION -

Para el aumento de un nuevo alto horno y su consiguiente producción de arrabio, ha sido necesario hacer ampliaciones en el número de hornos de coquización, de 114 a 193, para satisfacer las necesidades requeridas, ya que dicho producto principal que lo constituye el coque, es la materia prima después del mineral de fierro, que en mayor proporción, se utiliza en el alto horno. Para la producción actual se utilizan carbones nacionales, cuya mezcla representa un 70%, y carbones importados de Estados Unidos, cuyo uso representa el 30%, incluyendo en éstos el coque de petróleo. Con los carbones nacionales procedentes de Aura, Barroterán y Palaú, Coahuila y los importados de Nuevo México, West Virginia e Illinois, Estados Unidos, se han hecho mezclas en proporciones diferentes, de las cuales se prefiere a la que de un coque de buenas propiedades metalúrgicas las mezclas restantes se tienen para casos de emergencia, que se reduce solo a la falta de aprovisionamiento de carbones. El objeto de tener resultados prácticos, de mezclas en diferentes proporciones, es con la finalidad de saber los resultados que se obtendrán y, por tanto, aplicar las mezclas que sean convenientes.

En el presente estudio se hará mención de métodos de análisis seguidos en esta planta, comenzando por la materia prima que es el carbón, y continuando con el coque y subproductos que se obtienen.

- G E N E R A L I D A D E S -

El coque es el residuo sólido resultante de la destilación destructiva o combustión parcial del carbón, en ausencia del aire. La materia volátil es liberada por calentamiento, dejando un residuo cuyo carácter varía de acuerdo con la naturaleza del carbón tratado y de la temperatura a la que se ha sometido. Cuando un carbón es calentado, la materia volátil que contiene es liberada en forma de humo café rojizo, debido a la presencia de aceite ligero, amoníaco y alquitrán. Después de que la materia volátil ha sido liberada, la combustión del residuo carbonoso es substancialmente libre de humo.

Impurezas en el carbón.- Las impurezas en el carbón son de gran importancia en la producción del coque, las principales la constituyen las cenizas y el azufre. Las cenizas son de naturaleza mineral no combustible, y quedan como residuo de la combustión del carbón o coque. Su composición es variable, pero consiste principalmente de SiO_2, Al_2O_3, con pequeñas cantidades de Mg, Ca, P y Mn. Un excesivo contenido de cenizas no es aconsejable. En cuanto a la influencia de estos componentes en el alto horno, el Fe_2O_3 no es perjudicial, sí lo es en cambio el alto contenido de SiO_2, que requiere adición extra de caliza para hacerlo flufdo. El color de las cenizas es una clara señal de la proporción de Fe_2O_3. Un color rojo fuerte indica un alto contenido de Fe_2O_2; como los compuestos de fierro están en al carbón como sulfuros, una coloración marcada indicará un alto porcentaje de azufre, el cual puede encontrarse como: azufre pirítico, como sulfato, en forma orgánica y rara vez en forma elemental. De estos el más perjudicial es el azufre pirítico, ya que en la combustión, el azufre es oxidado a SO_2 y en presencia de humedad forma H_2SO_3; eventualmente, por posterior oxidación, forma H_2SO_4, el

cual tiene un carácter altamente corrosivo en contacto con hierro o acero, en las superficies frías o enfriadas de tubos, en las que la humedad puede condensarse.

Prácticamente, algo de azufre queda en la materia volátil, parte liberado por la acción del vapor en el apagado del coque y parte en el coque.

Lavado del carbón.- El carbón, tal como se encuentra en la mina, trae impurezas de naturaleza silicosa, calcárea, pirítica, etc. razón por lo que es necesario removerlas. El método adoptado, es tratar el carbón con aparatos de lavado, con lo cual queda más o menos libre de dichas impurezas. Los diferentes carbones utilizados en el proceso llegan a la planta lavados.

Características que deben reunir los carbones coquizables.- La designación de un carbón como coquizable o no, viene dado por su comportamiento al calentarse en ausencia de aire. Si el carbón se suaviza u solidifica en una masa más o menos sólida, se considera como coquizable; si por el contrario, forma una masa débilmente coherente, se considera no coquizable.

La producción de un buen coque depende de dos factores: el carácter del carbón que conduce a la formación de una buena estructura celular, y el grado del carbón que define la proporción de cenizas y azufre en ambos, en el carbón y en el coque resultante.

Es difícil partir de un solo carbón que posea las características deseables para un buen coque; la práctica usual es el uso de mezclas de más de dos carbones, para producir un coque satisfactorio. Aparte de los factores men-

cionados, influyen en las propiedades del coque, el grado de molienda del carbón cargado a los hornos, el diseño y dimensiones de los hornos, y la temperatura de coquización.

Carbones coquizables.- Lo esencial en la selección de carbones coquizables, son los análisis químicos. En la clasificación de la A. S. T. M., los tipos de carbones coquizables se definen por su análisis aproximado y por su poder calorífico.

Determinación de propiedades del coque.- Con los resultados que se obtienen del análisis aproximado en el carbón, se puede predecir el coque resultante, la determinación práctica de coquización en cajas debe realizarse. Los carbones preparados son cargados en los hornos, bajo condiciones de trabajo normales de la planta.

Pruebas previas de coquización.- Una información útil, de coquización de un carbón se presenta en la determinación de materia volátil (A.S.T.M.), cuyo botón resultante indicará si el carbón no es coquizable, lo es ligeramente o es altamente coquizable. En el primer caso no se formará ningún botón, el residuo estará finamente dividido. En el segundo caso se formará un pequeño botón, y en el tercer caso el botón será mayor.

Factores que influyen en las propiedades de coquización de los carbones.

a).- Materia volátil.- Para el presente estudio, es aplicable el uso de carbones cuyo contenido de materia volátil sea mayor de 20%, en base seca (caso en que los subproductos, se recuperan).

b).- Hinchazón durante la coquización.- Un carbón se hincha o expande, cuando al calentarse ocupa un volumen mayor al inicial. La presión o expansión en los hornos contra las paredes, está relacionada con la expansión que ocurre cuando un carbón es calentado en un crisol. Algunos carbones no se hinchan mucho, no desarrollan una expansión al coquizarse, inversamente un carbón que se hincha con dificultad, puede poseer una alta presión de expansión. La presión que puede ejercer un carbón al hincharse puede dañar severamente las paredes del horno.
Los carbones más peligrosos en este aspecto, son los que se encuentran en el rango de baja y media volatilidad. En general, carbones de alto contenido de materia volátil, ejercen menos presión en las paredes de los hornos y muestran más encogimiento. (figura 1).

Otros factores que influyen en la expansión, son el peso volumétrico, el contenido de humedad y el contenido de cenizas. Cambios en el contenido de humedad la expansión del carbón, por cambios en el peso volumétrico.

El peso volumétrico del carbón cargado debe mantenerse en un límite de 627 a 893 Kg/m^3. Una variación en este valor afecta el calentamiento de los hornos. Un incremento en este peso tiende a alargar el tiempo de coquización. Una variación en el peso volumétrico, normalmente se debe a variaciones en el contenido de humedad, o en el tamaño del carbón cribado. Los carbones secos tienen mayor peso volumétrico.

La influencia del contenido de cenizas en la expansión del carbón se observa en la figura 2.

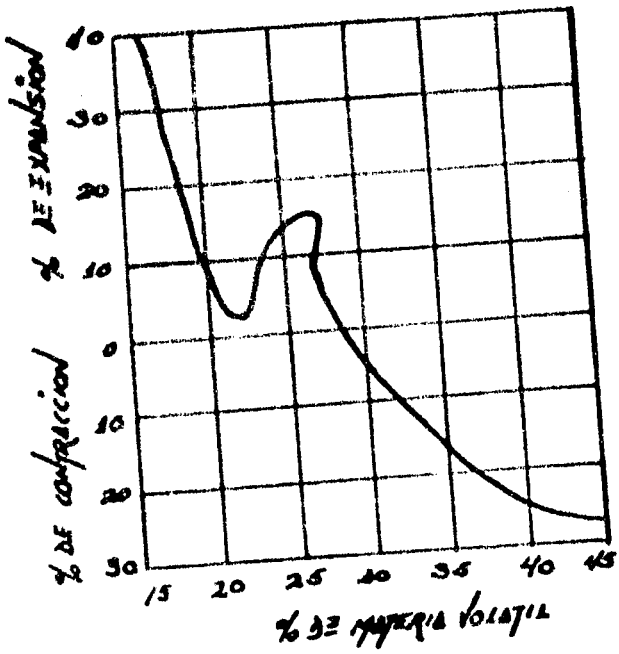

% DE EXPANSION
% DE CONTRACCION
40
30
20
10
0
10
20
30
15
20
25
30
35
40
45
% DE MATERIA VOLATIL

FIGURA 1

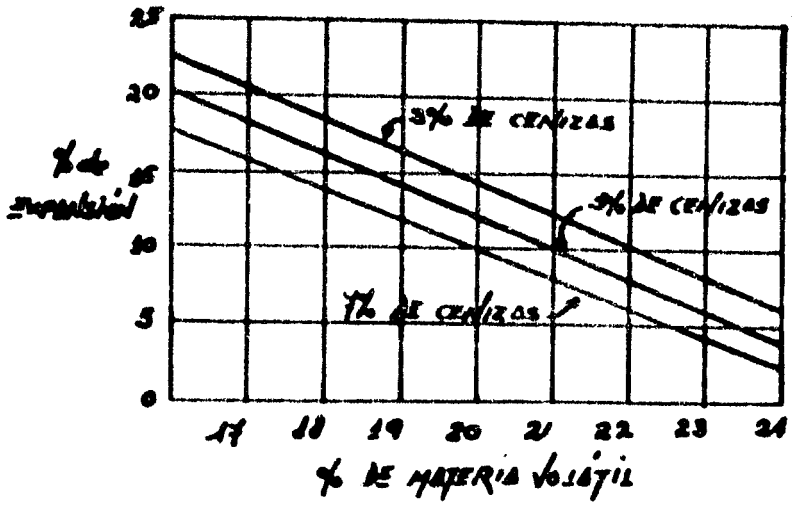

25
20
15
10
5
0
% de humedad
3% DE CENIZAS
5% DE CENIZAS
7% DE CENIZAS
17
18
19
20
21
22
23
24
% DE MATERIA VOLÁTIL

FIGURA 2

En cuanto al proceso, la ceniza tiende a permanecer en el coque, cuya calidad se vé afectada. Cuando se encuentra finamente dividida y su concentración no es excesiva, la calidad del coque es ocasionalmente beneficiada por su presencia.

Clasificación de carbones.- La clasificación seguida para carbones, es la de la A. S. T. M., que tiene la ventaja sobre otras clasificaciones (Ralston y Parr) de ser rápido, de realizarse requiriéndose de datos tales como análisis aproximado y poder calorífico libre de materia mineral en el carbón calculados en base seca (fig. 3).

LASE	GRUPO	% LIMITE D LIBRE DE MA IGUAL O MAYOR QUE
	1.-METAANTRACITA	98
RACITICO	2.-ANTRACITA	92
	3.-SEMIANTRACITA	86
	1.-CARBON BITUMINOSO DE BAJA VOLATILIDAD	78
	2.-CARBON BITUMINOSO DE VOLATILIDAD MEDIA	69
TUMINOSOS	3.-CARBON BITUMINOSO DE ALTA VOLATILIDAD A	—
	4.-CARBON BITUMINOSO DE ALTA VOLATILIDAD B	—
	5.-CARBON BITUMINOSO DE ALTA VOLATILIDAD C	—
	1.-CARBON SUB-BITUMINOSO A	—
UB-BITUMINOSOS	2.-CARBON SUB-BITUMINOSO B	—
	3.-CARBON SUB-BITUMINOSO C	—
LIGNITO	1.-LIGNITO A	—
	2.-LIGNITO B	—

CLASIFICACION DE CARBONES POR

FIGURA 3.

	% LIMITE DE CARBONO FIJO LIBRE DE MATERIA MINERAL		% LIMITE DE MATERIA VOLATIL LIBRE DE MATERIA MINERAL	
	IGUAL O MAYOR QUE	MENOR QUE	IGUAL O MAYOR QUE	MENOR QUE
	98	—	—	2
	92	98	2	8
	86	92	8	14
ILIDAD	78	86	14	22
MEDIA	69	78	22	31
TILIDAD A	—	69	31	—
ATILIDAD B	—	—	—	—
ATILIDAD C	—	—	—	—
	—	—	—	—
	—	—	—	—
	—	—	—	—
	—	—	—	—
	—	—	—	—

CION DE CARBONES POR RANK.

FIGURA 3.

CLASE	GRUPO
I ANTRACITICO	1.- METAANTRACITA
	2.- ANTRACITA
	3.- SEMIANTRACITA
II. BITUMINOSOS	1.- CARBON BITUMINOSO DE BAJA VOLATILIDAD
	2.- CARBON BITUMINOSO DE VOLATILIDAD MEDIA
	3.- CARBON BITUMINOSO DE ALTA VOLATILIDAD A
	4.- CARBON BITUMINOSO DE ALTA VOLATILIDAD B
	5.- CARBON BITUMINOSO DE ALTA VOLATILIDAD C
III. SUB-BITUMINOSOS	1.- CARBON SUB-BITUMINOSO A
	2.- CARBON SUB-BITUMINOSO B
	3.- CARBON SUB-BITUMINOSO C
IV LIGNITO	1. LIGNITO A
	2. LIGNITO B

CLASIFICACION DE CARB

FIGURA 3

PODER CALORIFICO EN B.T.U. POR LIBRA LIBRE DE MATERIA MINERAL Y HUMEDAD.

	IGUAL O MAYOR QUE	MENOR QUE	CARACTERISTICAS DE AGLOMERACION
	—	—	
	—	—	No aglomerable
	—	—	
TILIDAD	—	—	
AD MEDIA	—	—	Comunmente aglomerable
LATILIDAD A	14000	—	
OLATILIDAD B	19000	14000	
OLATILIDAD C	11500	13000	aglomerable
	10500	11500	
	10500	11500	
	9500	10500	
	8500	9500	no aglomerable
	6300	8300	
	—	6300	

CACION DE CARBONES POR RANK

FIGURA 3

Fórmulas empleadas para el cálculo de:

carbono fijo de materia mineral = $\frac{C.F. \quad x\ 100}{100-(M\ 1.1C + 0.1S)}$

Materia volátil libre de materia mineral = 100- C.F. libre de materia mineral

B.T.U. libre de materia mineral (base húmeda) =

$$\frac{B.\ T.\ U.\ x\ 100}{100\ (1.1C + 0.1S)}$$

Donde:

C = % de cenizas

C. F.= % de carbono fijo

H.= % de humedad

S.= % de azufre

B. T. U.= % poder calorífico por libra

Almacenamiento del carbón.- Cantidades considerables de carbón son almacenadas para casos de interferencia en el suministro. Normalmente este suministro se hace en furgones de ferrocarril; una vez descargado el carbón, se almacena - en pilas, de las que son removidas contínuamente para procesarlo, con lo cual la tendencia a oxidarse y a que su poder calorífico disminuya notablemente, es mínimo y, por lo tanto, su poder de coquización tampoco se ve reducido. El almacenamiento de dichos carbones se hace por separado, éstos- es en carbones nacionales, carbones americanos y coque de -

petróleo, operación que se efectúa mecánicamente, con lo — cual la formación de finos es mínima.

Características de los carbones usados en el proceso. Los siguientes datos nos servirán para el cálculo del carbono útil, o sea el carbón neto necesario para reducir el mineral de fierro en el interior del alto horno. Se necesita calor para escorificar las cenizas del coque y para quemar el azufre, y este calor es obtenido del coque mismo, por lo tanto, el carbono útil será obtenido restando del carbono fijo del coque, el carbono consumido para escorificar cenizas, azufre, etc. A partir de los análisis químicos de los carbones se obtiene un porciento de rendimiento para coque, y, con base a ello, se obtiene el análisis químico esperado del coque.

Para el cálculo esperado del análisis del coque se considera un valor de materia volátil de 1.04%, resultado obtenido por experiencias prácticas. El porcentaje de cenizas en el coque, se obtiene dividiendo las cenizas del carbón entre el rendimiento. Por diferencia a 100 se calcula el porciento de carbono fijo. Se hace por separado un análisis de las cenizas, para proceder a calcular el contenido de carbón útil en el coque.

Se toma un valor de:

a).- Suma de $SiO_2 + Al_2O_3$

b).- Suma de $CaO + MgO$

c).- Suma de oxidos de Mn, P, Fe.

Estos valores deben sumar 100, y multiplicados por el contenido de cenizas, en cada caso, se obtienen valores para a, b y c necesarios para los cálculos.

La fórmula de Flint para la evaluación del carbono útil en el coque, está basado en múltiples datos de operación en los altos hornos, llegando a un resultado práctico muy ajustado a la realidad.

Se considera que los óxidos necesitan calor para fundirse y escorificarse y dicho calor debe ser tomado del coque. Se tiene entonces:

1.- Carbono en el coque.

menos : Carbono para las cenizas = 0.6 (a+b)
carbono por caliza no calcinada = 5.0 (a+b)
carbono para azufre = 5.0 x % azufre
constante para humedad en el soplo del alto horno = 0.3368 x carbono fijo.

2.- Carbón consumido total

3.- Carbón neto equivalente = 1-2

Carbón West Virginia

Análisis típico

% humedad =	5.0
% materia volátil =	35.0
% cenizas =	7.0
% carbono fijo =	58.0
% azufre =	1.0

Rendimiento de coque:

100- Materia volátil =	65.00
más carbón redepositado (0.196 x materia volátil) =	6.86
coque total =	71.86

CARBON DEPOSITADO EN EL COQUE EN FUNCIÓN DE LA MATERIA VOLÁTIL

$K = T + Z \frac{100 - T}{100}$

$T = 100 - qv$

$R = (100 - qv) + C$ APROX. - 5% DE FINOS

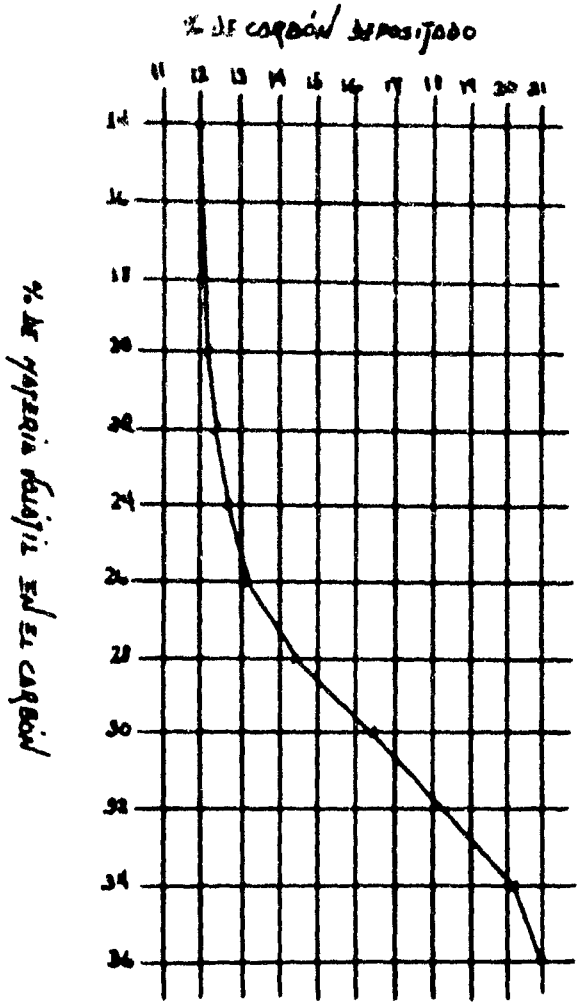


FIGURA 3

5 % finos =	3.59
Rendimiento coque metalúrgico =	68.27

Análisis de coque (esperado)

% materia volátil =	1.04
% cenizas =	9.74
% carbono fijo =	89.22
	100.00
% azufre =	0.85

Análisis de las cenizas

a).- $SiO_2 \pm Al_2O_3$ =	81.5 x .0974 =	7.94
b).- CaO + MgO =	5.9 x .0974 =	0.57
c).- Oxidos de Fe, Mn, P. =	12.6 x .0974 =	1.23
	100.00	9.74

Carbón neto equivalente :

Carbono fijo en el coque =	89.22
menos carbón para cenizas 0.6 (a+b) =	5.10
menos carbón por caliza no calcinada 0.6 (a-b)	4.42
menos carbón para azufre = 5 x .85 =	4.25
Constante de humedad para el soplo en el alto horno = 0.03368 x 89.22 =	3.00
Carbón neto equivalente =	72.45

Carbón Americano Illinois

Análisis típico

% humedad =	5.78
% materia volátil =	35.50
% cenizas =	5.90
% carbono fijo =	58.60
% azufre =	1.0

Rendimiento de coque

100 - 35.5 = 64.50

más carbón redepositado 0.198 x materia volátil =	7.03
coque total =	71.53
5 % finos =	3.57
coque metalúrgico total =	67.96

Anális de coque (esperado)

% materia volátil =	1.04
% cenizas=	8.25
% carbono fijo=	90.71
	100.00
% azufre =	0.84

Análisis de cenizas

a).- $SiO_2 + Al_2O_3$=	85.68 x .0825=	7.07
b).- MgO + CaO =	3.68 x .0825=	0.30
c).- Oxido de Fe, Mn, P.=	10.64 x .0825=	0.88

Carbón neto equivalente

Carbono fijo en el coque=	90.71
menos carbón para cenizas 0.6 (a+b) =	4.42
menos carbón por caliza no calcinada= 0.6 (a-b)	4.06
menos carbón para azufre 5 x % S =	4.20
Constante para humedad en el soplo del alto horno .03368 x 90.71 =	3.05
carbón consumido total	15.75
carbón neto equivalente	74.98

Carbón Nuevo México

Análisis típico

% humedad =	6.62
% materia volátil =	37.80
% cenizas =	6.84
% carbono fijo =	55.36
% azufre =	0.80

Rendimiento de coque

100 - 37.80 = 62.20

más carbón redepositado 0.201 x materia volátil =	7.94
coque total =	70.14
menos 5% finos =	3.51
COQUE METALURGICO TOTAL =	66.83

Análisis de coque (esperado)

% materia volátil =	1.04
% cenizas =	9.75
% carbono fijo =	89.21
% azufre =	0.69

Análisis de las cenizas

a).- % SiO_2 + Al_2O_3 =	75.02 x .0975 =	7.32
b).- % CaO + MgO =	10.19 x .0975 =	0.99
c).- Oxidos de Fe, Mn, P. =	14.89 x .0975 =	1.44

Carbono equivalente

Carbono fijo en el coque =	89.21
menos carbón para las cenizas = 0.6 (a+b) =	44.98
menos carbón por caliza no calcinada 0.6 (a+b) =	3.80
menos carbón para azufre : 5 x % azufre =	3.45
Constante para humedad en el soplo del alto horno : 0.03368 x 89.21 =	3.00
carbón total consumido =	15.23

Carbón neto equivalente =	73.98

Carbón Nacional

Análisis típico

% materia volátil =	22.97
% cenizas =	16.02
% carbono fijo =	61.01
% azufre =	1.07

Rendimiento de coque

100 materia volátil =	77.03
- más carbón redepositado 0.126 x materia volátil =	2.89
coque total =	79.92
5 % finos =	3.99
coque metalúrgico total	75.93

Análisis de coque (esperado)

% materia volátil =	1.04
% cenizas =	20.04
% carbono fijo =	78.92
% azufre =	0.98

Análisis de cenizas

a).- $SiO_2 + Al_2O_3$ =	82.19 x .2004 =	16.47
b).- CaO + MgO =	4.63 x .2004 =	0.93
c).- Oxidos de Fe, Mn, P =	3.18 x .2004 =	2.64

Carbono equivalente

Carbono fijo =	78.92
menos carbón para cenizas =	10.44
menos carbón por caliza no calcinada =	9.32
menos carbón para azufre =	4.45

Constante para humedad en el soplo del alto horno 0.03368 + 78.91 =	2.65
Carbón total consumido =	26.86
Carbón equivalente neto =	52.06

Los valores obtenidos de carbono equivalente, en carbones americanos y nacionales, son parecidos. En este último caso, por esa razón, no partió de una mezcla de dichos carbones.

Las principales determinaciones que se hacen en los carbones que se cargan son: porciento de humedad, peso volumétrico, análisis de mallas y análisis químico, principalmente; es así como se controla la calidad del coque que se va a producir. Se mencionan tales características a continuación.

	C. Aura	C.Barroterán	C.Palaó	C.Americano	Coque de Petróleo	C.después de molinos
% Humedad	0.80	9.30	10.15			
Análisis Químico						
% materia volátil	28.09	23.50	23.84			
% cenizas	15.50	14.15	16.33			
% de carbono fijo	56.41	62.35	59.83			
% de azufre	1.13	1.09	1.11			
Análisis de mallas:						
% retenido en malla 7						
% pasa malla 7						
Peso volumétrico Kg/m3						725.7

	Carro carga	C. del mezclador
% Humedad	6.25	7.35
Análisis Químico		
% materia volátil	25.41	
% de cenizas	14.54	
% de carbono fijo	59.85	
% de azufre	1.12	
Análisis de mallas:		
% retenido en malla 7		36.40
% pasa malla 7		63.60
Peso volumétrico Kg/m3		709.7

Las proporciones en que se cargan los carbones y coque usados en el proceso son: 70% carbón nacional, 15% carbón americano y 15% coque de petróleo.

Pruebas de coquización de mezclas de carbón en cajas.

Determinaciones realizadas, variando las proporciones de carbón nacional, carbón americano y coque de petróleo, con el objeto de aumentar las proporciones de éste último en la mezcla final, sin deterioro en las características físicas y químicas del coque producido.

Materias Primas:		Carbón Nacional	C. Americano	Coque de Petróleo
% de humedad		5.20	8.15	3.40
Análisis químico (en base seca)				
% materia volátil		24.47	34.05	12.32
% de cenizas		16.28	10.54	0.36
% de carbono fijo		59.25	55.41	87.32
% de azufre		1.03	0.92	1.70
Análisis de mallas		%	%	%
Pasa	Retenido			
	1"	0.00		
1"	3/4"	0.47		
3/4"	1/2"	2.13		
1/2"	3/8"	2.93	0.00	0.00
3/8"	1/4"	6.00	1.07	0.00
1/4"	#4	6.00	15.33	7.00
#4	#7	15.47	23.40	14.00
# 7		67.00	60.20	79.00
Peso volumétrico Kg/m^3		720.34	730.92	629.07
Gráfica de expansión		Normal	Normal	Normal

Mezcla:	A-0	A-1	A-2	A-3	A-4	A-5
% carbón Nacional	100	80	75	70	70	65
% carbón americano	0	15	20	20	25	25
% coque de petróleo	0	5	5	10	5	10
Peso volumétrico Kg/m³	720.34	704.08	723.85	716.79	734.44	720.32
% de humedad	5.20	5.55	6.25	6.52	5.70	6.45
Gráfica de expansión	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal
% materia volátil	24.47	24.94	24.92	23.70	25.10	25.98
% cenizas	16.28	14.30	13.78	13.50	14.49	13.73
% carbono fijo	59.25	60.76	61.30	62.80	60.41	60.29
% azufre	1.03	1.10	1.07	1.11	1.02	1.07

Mezcla	A-0			A-1		A-2		
Carbón Nacional	100			80		75		
Carbón Americano	0			15		20		
Coque de Petróleo	0			5		5		
Caja No.	1	2	3	4	5	6	7	
eso Húmedo, Kgs.	57.600	57.360	68.730	57.560	58.400	58.860	58.860	5
eso seco Kgs.	54.604	54.377	55.570	54.365	54.750	55.125	53.153	5
emp. Horno °C	1122	1130	1070	1090	1140	1105	1095	
iempo coq.Hs.	27.00	27.10	26.29	26.35	26.27	26.23	26.25	2
				Resultado de las pruebas de coquización.				
oque seco Kgs.	41.200	42.260	44.700	43.200	42.000	41.800	40.600	4
endimiento %	75.45	77.71	80.58	79.46	76.71	75.83	76.38	8
nálisis Químico								
% materia volátil	1.71	1.88	1.87	1.36	0.60	0.93	0.56	
% cenizas	17.69	17.68	16.68	16.14	16.77	16.50	15.25	1
% carbono fijo	80.60	80.46	81.42	82.50	82.63	82.57	84.19	8
% azufre	1.08	1.03	1.07	1.04	1.11	1.12	1.15	
Pruebas Físicas								
Shatter								
Pasa / Retenido								
2"	2"	73.2	72.9	85.6	84.0	81.8	87.7	82.4	8
2"	1 ½"	15.7	14.8	7.1	7.5	9.3	5.8	11.0	

A-2	A-3	A-4	A-5
75	70	70	65
20	20	25	25
5	10	5	10

6	7	8	9	10	11	12
8.860	58.860	58.160	58.860	57.940	58.100	57.060
5.125	53.153	54.368	58.500	54.637	54.352	53.380
1105	1095	1120	1151	1103	1110	1080
6.23	26.25	25.34	26.58	27.01	26.58	26.52
s de coquización.						
1.800	40.600	44.500	43.100	42.200	41.100	42.200
5.83	76.38	81.85	77.65	77.24	65.62	79.05
0.93	0.56	0.96	1.65	1.32	1.16	1.25
6.50	15.25	16.34	16.07	16.17	15.50	15.21
2.57	84.19	82.70	82.28	82.51	83.34	83.54
1.12	1.15	1.16	1.15	1.11	1.17	1.15
7.7	82.4	82.0	81.9	84.0	83.5	85.0
5.8	11.0	9.2	10.0	8.7	11.3	9.4

	Caja No.	1	2	3	4	5	6	7	8
n	Retenido								
½"	1"	5.1	6.8	3.1	3.3	4.3	2.6	2.6	3.9
	½"	3.0	2.6	1.6	2.2	2.0	1.5	1.5	2.1
		3.0	2.8	2.3	2.8	2.5	2.2	2.5	2.8
bler									
etenido									
		7.0	9.0	24.2	19.5	3.0	11.2	14.2	20.
½"		27.4	31.5	46.4	47.8	37.7	41.0	34.5	38.
Estabilidad		47.0	51.8	60.2	60.8	61.0	55.2	48.5	51.
		57.8	62.0	65.8	65.3	68.5	60.0	55.5	57.
Dureza		60.2	64.5	66.8	66.3	69.7	61.0	57.3	59.
Porosidad		48.69	48.25						

	6	7	8	9	10	11	12
3	2.6	2.6	3.9	3.5	4.0	1.9	2.9
0	1.5	1.5	2.1	1.8	1.2	1.3	1.1
5	2.2	2.5	2.8	2.5	1.6	2.0	1.6
.0	11.2	14.2	20.4	9.0	14.2	28.8	36.8
.7	41.0	34.5	38.2	25.5	37.2	46.8	52.4
.0	55.2	48.5	51.0	50.8	56.0	59.6	62.4
.5	60.0	55.5	57.8	57.5	63.0	63.4	67.4
.7	61.0	57.3	59.1	58.8	64.6	63.6	67.6

El coque obtenido fué uniforme en su apariencia externa, tamaño y porosidad, así como en los resultados de Shatter y Tumbler. Se observó un incremento en los valores, conforme aumentaba la proporción del carbón americano y coque de petróleo en la mezcla, comparado con el coque obtenido, usando 100% de carbón Nacional. En el análisis químico del coque, se observan un aumento en el contenido de carbón fijo, conforme aumenta el porcentaje de carbón americano y coque de petróleo, así como en el contenido de azufre, pero sin llegar a valores excesivamente altos. Los resultados que aparecen altos en materia volátil, pueden ser debido a contaminación de madera coquizada de la caja.

Las pruebas, en sí, fueron satisfactorias en sus características físicas y químicas y no existe peligro de expansión en las mezclas por el contenido de carbón americano, por lo tanto, puede incrementarse a los niveles probados en esta serie.

A continuación se reporta otra serie de coquización realizadas con mezclas de carbón en diferentes proporciones (aumento en porcentaje de Carbón Americano).

Pruebas de coquización en cajas.- Las siguientes pruebas se llevaron a cabo - con mezclas de los diversos carbones, en porcentajes que se reportan.

Las pruebas se realizaron por duplicado.

MATERIA PRIMA	C.NACIONAL		C.AMERICANO		COQUE DE PETROLEO
ANALISIS QUIMICO (base seca)					
% materia volátil	23.87		36.60		13.08
% de cenizas	14.71		6.67		0.42
% de carbono fijo	61.42		56.73		86.50
% de azufre	0.97		0.83		1.64
Gráfica de Expansión	Normal		Normal		Normal
MEZCLA	A-0	A-1	A-2	A-3	A-4
% Carbón Nacional	50	40	30	20	0
% Carbón Americano	30	40	50	60	80
% Coque de petróleo	20	20	20	20	20
Peso volumétrico	706.2	720.3	748.6	762.7	776.8
% humedad	8.32	7.65	5.63	6.75	6.00
Gráfica de expansión	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal

AJA NUMERO	1	2	3	4	5	7	9
eso húmedo Kgs.	56.400	57.600	58.200	58.200	62.300	59.880	61.
eso seco Kgs.	51.707	52.807	53.747	53.747	58.792	55.838	58.
emperatura horno °C	1197	1198	1200	1205	1192	1178	
iempo de coquización en horas.	30	30	30	30	30	30	

Resultado de las pruebas de coquización

Coque seco Kgs.	37.000	32.000	39.500	44.000	40.200	39.200	33
Rendimiento %	71.56	60.60	73.49	81.87	68.38	70.20	57
Análisis Químico							
% Materia volátil	1.70	1.01	1.25	0.93	1.26	1.39	
% de cenizas	14.02	15.07	12.16	11.62	10.37	10.66	
% carbono fijo	84.28	83.92	86.59	87.45	88.37	87.95	9
% de azufre	1.15	1.12	1.13	1.16	1.07	1.35	
Pruebas Físicas							
Shatter							
Pasa / Retenido							
2"	68.04	66.7	65.3	85.0	71.8	73.8	
1 ½"	22.10	23.6	19.5	8.7	19.0	12.5	
1"	5.60	4.9	8.8	3.3	4.9	7.3	
½"	1.40	1.6	1.9	0.7	1.8	2.4	
	2.30	2.7	4.5	2.3	2.5	2.6	

2	3	4	5	7	9	10
57.600	58.200	58.200	62.300	59.880	61.960	62.160
52.807	53.747	53.747	58.792	55.838	58.242	58.430
1198	1200	1205	1192	1178	1243	1225
30	30	30	30	30	30	30

Resultado de las pruebas de coquización

32.000	39.500	44.000	40.200	39.200	33.600	35.500
60.60	73.49	81.87	68.38	70.20	57.69	60.70
1.01	1.25	0.93	1.26	1.39	0.98	0.69
15.07	12.16	11.62	10.37	10.66	7.99	7.94
83.92	86.59	87.45	88.37	87.95	91.03	91.37
1.12	1.13	1.16	1.07	1.35	1.11	1.08
66.7	65.3	85.0	71.8	73.8	77.3	78.9
23.6	19.5	8.7	19.0	12.5	10.7	10.4
4.9	8.8	3.3	4.9	7.3	5.9	5.3
1.6	1.9	0.7	1.8	2.4	2.2	2.2
2.7	4.5	2.3	2.5	2.6	3.9	3.2

RO	1	2	3	4	5	7	9	10
o								
	6.0	8.0	6.0	14.4	0.8	4.2	6.0	10.4
	31.7	28.0	30.0	44.0	42.4	28.2	31.9	28.4
lidad)	56.0	51.0	53.4	58.8	61.0	54.7	50.0	44.6
	65.2	60.4	61.2	61.4	66.8	64.0	58.3	55.6
	65.60	63.40	62.60	62.00	68.00	65.50	61.10	59.8
ad	44.43	46.80	40.01	41.82	43.18	43.23	43.68	36.8

2	3	4	5	7	9	10
.0	6.0	14.4	0.8	4.2	6.0	10.4
.0	30.0	44.0	42.4	28.2	31.9	28.4
.0	53.4	58.8	61.0	54.7	50.0	44.6
.4	61.2	61.4	66.8	64.0	58.3	55.6
.40	62.60	62.00	68.00	65.50	61.10	59.80
.80	40.01	41.82	43.18	43.23	43.68	36.88

El coque obtenido fué uniforme, en su apariencia externa, tamaño y porosidad, así como en los resultados de Shatter y Tumbler.

El rendimiento bajo en algunos casos, se debió a pérdidas en el momento de sacar las cajas de los hornos.

Conforme aumenta la proporción de carbón americano, se tiene un aumento en el carbono fijo, permaneciendo al contenido de azufre dentro de las expecificaciones requeridas.

Los resultados de porosidad resultaron más bajos que los considerados como normales obtenidos con la mezcla actual.

Hornos de Coque.- Para el proceso de coquización se utilizan 193 hornos tipo Koppers (fig.4), en número de seis blocks de 34, 35, 29, 28, 28 y 29 hornos, respectivamente, y colocados en bateria.

Cada horno es cargado con 18 toneladas de carbón húmedo con un rendimiento de 80% de coque. Dimensiones de los hornos 12.3, mts. de largo 45 cms. de ancho y 4 mts. de alto.

El tiempo de coquización varía, según puede verse a continuación:

Temperatura Promedio °C	Tiempo en horas
1120-1140	29H
1140-1160	26H 54'
1160-1180	26H
1180-1200	23H 6'
1200-1220	22H 18'
1240-1260	21H 56'
1260-1280	19H 48'
1280-1300	19H

El calentamiento se efectúa con gas de coque, o gas de alto horno, en cámaras de combustión sobre cada horno, de manera que calienta la pared de un horno y la del siguiente. El proceso de coquización se efectúa de las paredes hacia el centro, formando una masa plástica. La carga se efectúa — por la parte superior del horno, mediante un "carro carga"- que corre por rieles, a lo largo de la batería. Este carro consta de 5 tolvas, las cuales descarga en 5 agujeros de — los hornos. La carga es nivelada por una máquina empujadora que tiene un brazo que entra por la puerta superior. Ambos lados del horno están cerrados con puertas móviles, que son retiradas antes de la descarga. Durante la coquización — son puestas en su lugar y selladas para evitar pérdidas de- gas o entrada de aire. Durante la descarga y la carga, se- aisla la salida de los gases del colector general, para evi tar contaminación del gas crudo con el aire. Cuando se va- a deshornar se retiran las puertas de cada lado, se cierra- la salida de los gases al colector general y se destapan - los cinco agujeros. Entonces la máquina empujadora, por me dio de un brazo a lo alto del horno, empuja el coque, pasan do a través del carro guía, hasta caer en el "carro de apa- gado", donde le cae una lluvia de agua para evitar siga que mándose (se necesitan aproximadamente de 3 a 4 m^3 de agua).

El coque se descarga, abriendo una puerta lateral- del "carro de apagado", que tiene una inclinación de más de 23°, hacia una rampa de material refractario donde termina- de apagarse con mangueras. El coque se pasa a una banda — que lo lleva a una torre de cribas.

Características que deben reunir los hornos de co- quización.

Producción de un coque de calidad buena y unifor-

mc.

Consumo mínimo de gas combustible.

Pérdida mínima de productos volátiles por escapes.

Una fuerte, estable estructura del horno con todas las partes disponibles para reparación cuando sea necesario.

Una batería sencilla y flexible en su operación. - Este factor incluye la habilidad de cambiar un gas combustible por otro, cuando las necesidades lo requieren.

Los hornos poseen quemadores verticales que satisfacen las necesidades anteriores.

Funcionamiento de los hornos de coquización.- En las paredes de los tubos verticales de los hornos, el gas y el aire precalentados son admitidos más o menos a la mitad de los tubos y quemados en ellos. Los gases de combustión fluyen a través de los ductos hacia arriba y luego, al llegar al tope, bajan por los tubos. Al llegar a la base del tubo, los gases aún llevan mucho calor que podría perderse si se tiraran a la atmósfera, razón por la que se pasan por unos cambiadores que están debajo de los hornos, en que los ladrillos están alineados para formar un cuadro. Los gases de combustión pasan a través de los espacios entre los ladrillos, dejando gran parte de su calor sensible. Estos cambiadores de calor o regeneradores, son individuales para cada horno. Los gases enfriados de los regeneradores, pasan al depósito de residuos y de ahí a las chimeneas. Como la combustión continua, la temperatura aumenta en los tubos en que se quema el gas, arriba y abajo por donde fluye. La temperatura de los regeneradores a través de las cuales pasan los productos de combustión, también aumenta si el gas continúa quemándose en la misma dirección indefinidamente; la temperatura de los tubos de com-

bustión podría subir a niveles peligrosos para los refractarios y el carbón podría ser coquizado disparejo en los hornos. Para mantener uniforme la temperatura y condiciones de seguridad el flujo de gas es invertido periódicamente (cada 20 minutos). El aire para combustión se invierte en la base de los regeneradores que han sido calentados por los gases de combustión. El aire es calentado por medio de calor almacenado en los regeneradores que han precalentado el aire durante la inversión previa y que, por consiguiente están algo fríos.

Los hornos son "empujados" en números no sucesivos, para evitar que paredes sucesivas pierdan calor.

Aparte de los hornos para coquización mencionados, se utilizan como equipos complementarios los siguientes.

Máquina deshornadora.- Esta máquina, de funcionamiento eléctrico, y que se desliza a lo largo de la batería de los hornos, consta de las partes siguientes: un vástago sacapuertas, un vástago nivelador, un vástago deshornador y un aparato adicional o cuchara que sirve para casos en que la "deshornadora" normal se dificulte.

Carro guía.- Este carro sirve para quitar la puerta por donde saldrá el coque, a la vez lleva una malla deslizable, por el frente, y con lados firmes para guiar el coque hacia el "carro de apagado".

Carro carga.- Consta de cinco tolvas para capacidad total de 18 toneladas de carbón. Cada tolva consta de palancas y compuertas así como de "un telescopio" donde saldrá el carbón hacia el horno, con el fin de evitar se derrame fuera del horno mucho carbón.

"Carro de apagado".- Es un carro con piso acanalado, para facilitar el descargado del coque, en la rampa, — que se hace mediante una puerta y tan pronto como el coque- se ha"apagado".

"Torre de Apagado".- En esta torre se lleva a cabo el apagado del coque, que se efectúa al llegar el carro-carga, el cual lleva un dispositivo en su frente, que permite abrir válvulas para agua que cae en forma de lluvia y donde se le dá un tiempo determinado, de manera que el coque no salga demasiado húmedo.

P R O C E S O

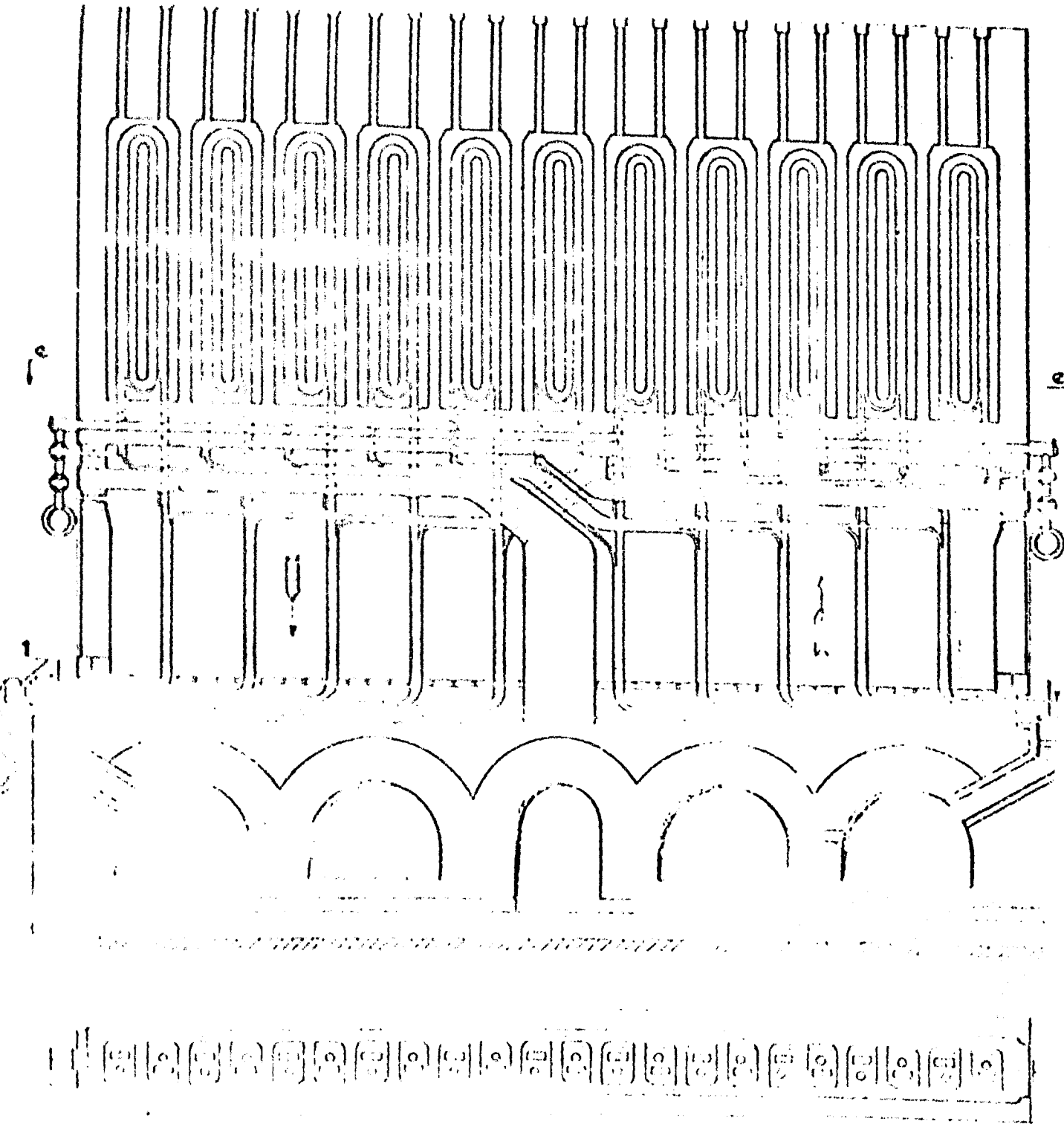
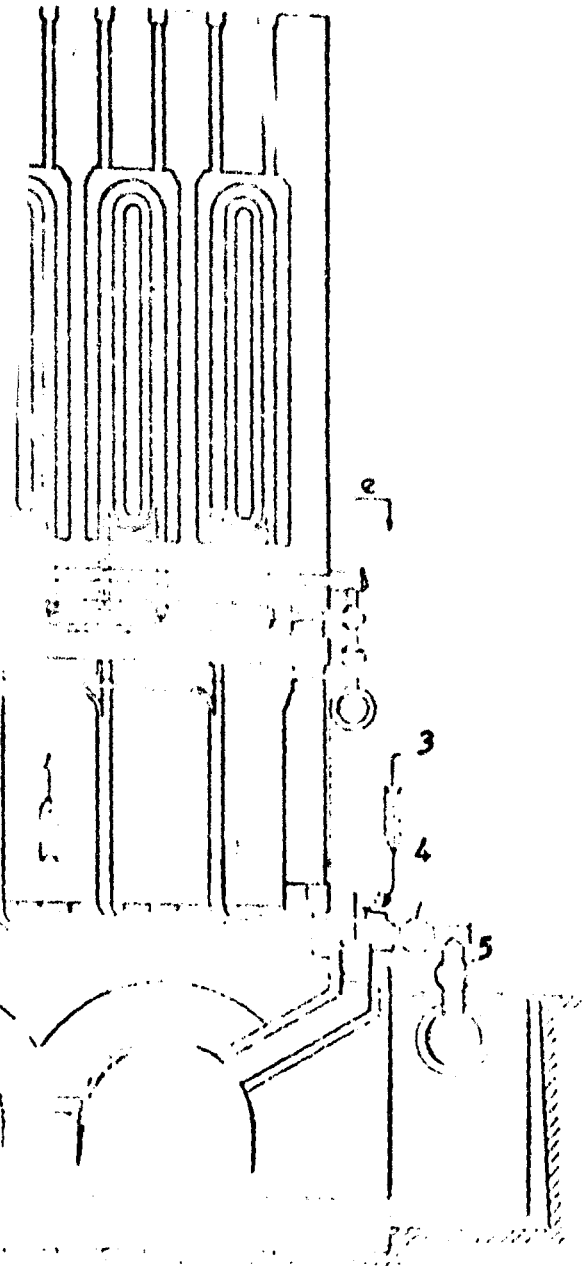
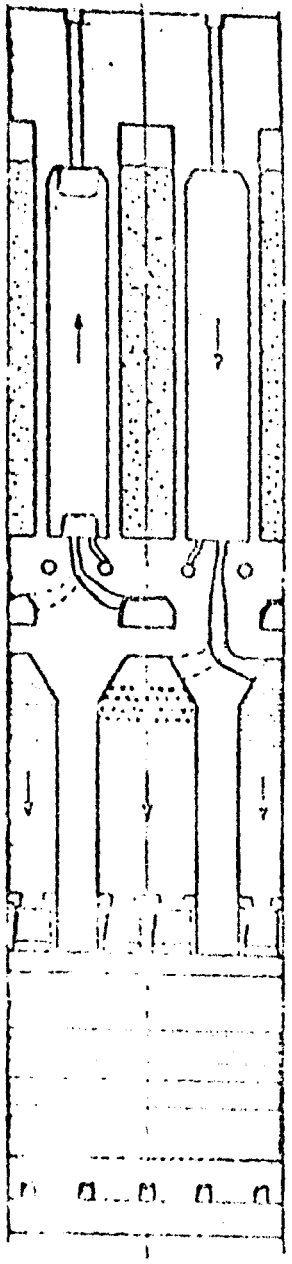
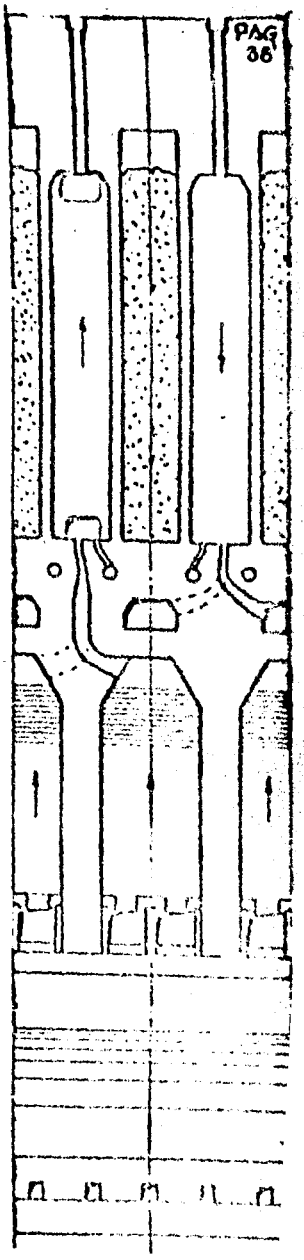
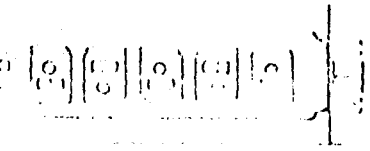


Figura 4 Tipo de horno usado en el proceso









1.- Válvulas de control

2.- Válvula de control, abierta

3.- Válvula para aire, cerrada

4.- Válvula de control, abierta

5.- Válvula de control, abierta

La materia prima recibida en furgones de ferrocarril, es descargada mediante un volteador de carros y llevada, por medio de bandas transportadoras a patios de almacenamiento, o bien, sigue su trayectoria por los molinos, donde se controla su molienda en base al peso volumétrico, o bien por análisis de mallas. De los molinos pasa a unas tolvas de clases, que son cuatro en total, con capacidad, cada una de 300 toneladas, y conteniendo respectivamente carbón Palaú Barroterán, Barroterán Aura, Coque de Petróleo y Carbón Americano. De estas tolvas, el carbón sale dosificado, para pasar luego a un mezclador, con el objeto de hacer la mezcla homogénea; de aquí es llevado a la "torre de carbón" con capacidad de 2,500 toneladas, donde son cargados los carros carga (las 5 tolvas con 18 toneladas de carbón), para vaciar luego el contenido en los hornos, operación que una vez efectuada, se dejan abiertos los orificios y el tubo de pie, para evitar que se"boten" las tapas por demasiada presión; hecha esta operación, se le dá tiempo de coquizado para cada horno, abriéndose, a la vez, una válvula para colectar el gas de coque producido y que posteriormente se procederá. Terminado el tiempo de coquización, el coque es empujado por medio de la deshornadora, recogido en el carro carga y apagado en la torre de apagado, vaciado en la rampa donde es retenido para terminarlo de apagar, operación que se efectúa manualmente con agua, mediante mangueras. El coque es entonces transportado por banda al molino de coque, donde es cribado variando el tamaño de acuerdo con las exigencias requeridas en los altos hornos, siendo normalmente estas cribas de 40, 20 y 10 milímetros, denominándose coque estándar o metalúrgico, el que queda arriba de la criba de 40 mm. y cuyo tamaño se controla entre 40 y 75 mm. El coque restante pasa posteriormente, a cribas de 10 y 20 mm. y se almacena en tolvas, usándose el más fino en la planta de Sinter y el restante en fundiciones pequeñas.

El coque metalúrgico resultante tiene las siguientescaracterísticas.

Análisis Químico

% de materia volátil =	1.27
% de cenizas =	17.56
% de carbono fijo =	81.17
% de azufre	1.14

Pruebas Físicas

Análisis de Mallas

Pasa	Retenido	
	2 3/4"	16.48
2 3/4"	2 1/2"	7.76
2 1/2"	2"	31.20
2"	1 1/2"	31.84
1 1/2"	1"	9.20
1"		3.52

Shatter

% retenido en 2"	84.8

Tumbler:

% retenido en 1" (Estabilidad)	47.2
% retenido en 1/4" (Dureza)	61.2
Peso volumétrico Kg/m^3	529.2
% porosidad	49.27

Estas son las principales determinaciones que se hacen en el control de la calidad del coque.

Los gases resultantes son tratados aparte para obtener los subproductos siguientes: sulfato de amonio, aceite ligero, aceite naftalénico, brea, benceno, tolueno, xile

no y nafta principalmente. Para ello, el gas de coque desprendido realiza el recorrido dado a continuación, hasta quedar libre de subproductos.

Colector general de gases.- Tiene por objeto recoger los gases de los hornos de coquización y bajar la temperatura a unos 90°C, llegando a los enfriadores de gas a una temperatura de 75 a 80°C.

El gas de coque va a dar a los enfriadores de gas por medio de succión.

Condiciones de operación.- Temperatura de salida de los gases, del horno: 750 a 800 °C aproximadamente:

Temperatura de llegada a los enfriadores : 75 a 80°C

Presión en el colector : 5 mm. de agua.

Enfriadores primarios.- Estos enfriadores sirven para bajar la temperatura del gas que proviene de los colectores y separarle el condensado, que va a dar a un tanque.

El gas que proviene de los colectores, es arrastrado a los enfriadores por medio del succionador.

Succionadores.- Estos succionadores tienen por objeto arrastrar el gas que sale de los hornos de coquización, a través de los colectores y enfriadores primarios, y pasarlo, posteriormente, a través de los precipitadores eléctricos, saturadores, enfriador final, lavadores y gasómetro.

Precipitadores eléctricos.- Estos precipitadores tienen por objeto quitar las partículas de alquitrán que aún trae el gas.

Saturadores.- Tiene como función quitarle el amoníaco al gas y, al mismo tiempo, producir sulfato de amonio. La reacción entre amoníaco y ácido sulfúrico, para formar la sal, se logra poniendo el ácido en solución y haciendo que el gas burbujee dentro de líquido. De ésta manera sólo el amoníaco reacciona, quedando el resto del gas sin afectarse.

Enfriador final.- Tiene por objeto quitarle al gas el naftaleno que aún traiga. De este enfriador pasa el gas a un separador ciclónico, y de ahí a los lavadores de gas, en donde se le quita el aceite ligero que traiga.

Decantador.- En el decantador es separado el alquitrán del licor amoniacal y al mismo tiempo sirve para quitarle al alquitrán residuos de la coquización.

Separador de alquitrán.- En este separador el contenido de agua se reduce al mínimo)1.0 a 1.2%), pasando después el alquitrán a tanques de almacenamiento y de ahí a la planta de alquitrán, donde se procesa este por destilación fraccionada, en la que se separan los aceites ligero, naftalénico, aceite de lavado y antracénico, quedando como residuo brea.

El aceite ligero comprende todos los aceites cuya destilación fluctúa entre 80 y 180 °C.

El aceite naftalénico comprende los compuestos cuya destilación fluctúa entre 180 y 225 °C.

El aceite de lavado comprende los compuestos cuya destilación fluctúa entre 225 y 290 °C.

El aceite antracénico comprende los compuestos cu-

ya destilación fluctúa entre 300 y 400 °C.

La brea contiene los compuestos de una destilación mayor a la del aceite antracénico.

Análisis típico de los aceites de la planta de alquitrán.

Aceite ligero

1a. Gota	80 °C
95% a	180 °C

Aceite naftalénico

1a. Gota	190 °C
95%	235 °C

Aceite Caliente

% naftaleno =	0.0

Aceite de lavado

1a. Gota	235 °C
95%	280 °C

Aceite antrácénico:

Variable según la temperatura del horno.

Residuo : brea.

Varía el punto de ablandamiento según la temperatura del horno.

Planta de aceite ligero.- Tiene por objeto recuperar todo el aceite que contenga el gas, y se efectúa mediante aceite "de lavado", el que es destilado para quitar el aceite ligero que luego se manda a tanques de almacenamiento, para luego procesarse.

Planta de Hidrorefinación.- En esta planta se refina el aceite ligero crudo, con el fin de quitarle las impurezas (compuestas de oxígeno, azufre y olefinas).

Redestilación.- Planta en donde el aceite ligero-refinado se separa el benceno, tolueno, xilol y nafta.

Alambiques.- En esta planta se separan el xilol - 3o y nafta.

Con esta operación se termina el proceso que se sigue con los subproductos obtenidos en la planta de coque.

- M U E S T R E O -

Las operaciones de muestreo que se llevan a cabo en las diferentes secciones, que incluyen carbón coque y subproductos obtenidos, son todas manuales, con lo cual (los dos primeros casos principalmente), la obtención final de muestreo representativo se retarda. Las muestras requeridas para los diferentes análisis, se reducen a "tomas", en bandas transportadoras y tolvas, esto es en el caso de carbón y coque, las muestras restantes (de subproductos), se toman directamente de válvulas, purgando las líneas debidamente.

Teoría y aplicación.- El muestreo es una operación de remoción de una parte conveniente en cantidad para análisis, a partir de un volumen grande, de manera que la muestra resultante obtenida tenga las mismas características que el volúmen original, no existen reglas específicas de las precauciones que deben tomarse, y solo deben tenerse en cuenta las condiciones de trabajo.

A continuación se mencionan los métodos de muestreo que se aplican en ésta operación, así como las cantidaden que deben tomarse para muestras representativas de los diferentes análisis.

Muestreo de carbón en relación al contenido de cenizas.

Este procedimiento comprende carbones con los siguientes contenidos de cenizas.

Abajo de 8%
de 8 a 9.9%
de 10 a 14.9%
Arriba de 15%

De los contenidos de cenizas mencionados se aplican el 1o., 3o. y 4o. caso, que corresponden a los porcentajes de carbones usados en el proceso. Las cantidades o incrementos de muestra que deben tomarse, vienen dadas por

las siguientes tablas, cuyo grupo total es de 8 y que se reduce a 2 para el caso, por tratarse de carbones que vienen en ese tamaño.

	GRUPO 1	GRUPO 2
Tamaño 5/8 de pulgada y menos 5/8 a 1/4 de pulgada inclusive.		
Contenido de cenizas : menos de 8%		
Número mínimo de incrementos	15	15
Peso mínimo de incrementos en libras	2	4
Peso mínimo de muestra en libras	30	60
Contenido de cenizas : de 10.0 a 14.9%		
Número mínimo de incrementos	35	35
Peso mínimo de incrementos en libras	2	4
Peso mínimo de muestras en libras	70	140
Contenido de cenizas : 15.0% o más		
Número mínimo de incrementos	35	35
Peso mínimo de incrementos en libras	2	4
Peso mínimo de muestras en libras	70	140

Cantidades de muestras (o incrementos).- Estos incrementos deberán ser regulares, y colectados de manera sistemática tal, que la porción muestrada sea representativa respecto a la muestra total. El mejor incremento es el tomado al estar cayendo el carbón en "chorro", mediante un recipiente adecuado y a una velocidad uniforme, la misma para cada incremento y evitando que dicho incremento se derrame.

Reducción de la muestra.- La muestra reducida a un kilogramo es sacada primeramente de la estufa para triturarla y después pasarla por malla 20, reduciéndola luego, por cuarteo, a unos 500 gramos y por último pasarlo por malla 60, cuya cantidad es reducida finalmente a 50 gramos -

que representarán la muestra utilizada en el análisis químico.

Muestreo de coque.- Esta operación se reduce a la obtención de muestra de la banda transportadora que conduce el coque a tolvas de almacenamiento. La toma de muestra se efectúa por medio de palas, (deteniendo el funcionamiento de la banda) a lo ancho de ésta, tomando una porción cuando se requiere para determinación de húmedad solamente, o tomando 2 porciones (50-60 kilos aproximadamente)- cuando se requiere para pruebas físicas o análisis químico.

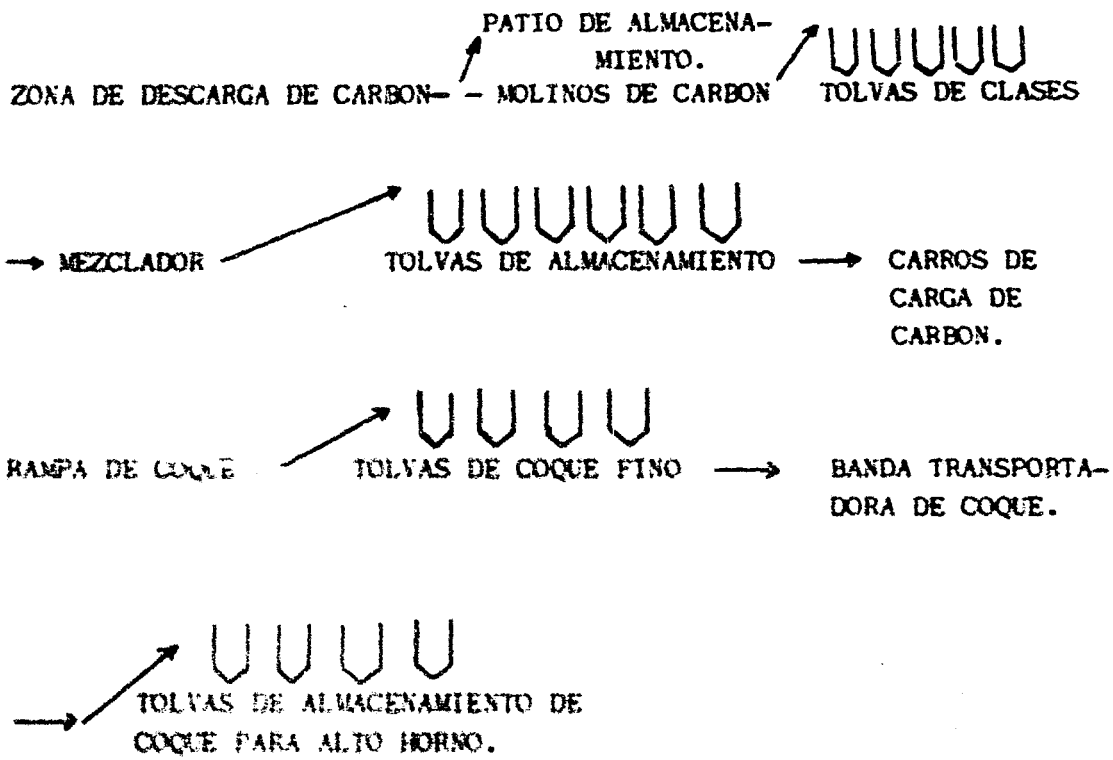
Reducción de la muestra de coque seca, se tritura- mecánicamente con una quebradora de quijada o a mano, con- un pizón en una plancha de acero. Se continua el quebrado hasta que la muestra pasa por la malla # 4 (4.76 mm). Se reduce la muestra por cuarteo hasta unos 2 Kgs. se vuelve- a moler hasta que pase por malla 20 (0.841 mm); se mezcla y se reduce la muestra a unos 50 gramos quedando la muestra lista para análisis químico. Finalmente se pasa por - malla 100 (0.149 mm.).

Frecuencia de muestras para análisis.- Las muestras para determinación de humedad, en carros descargados, se toman diariamente. Las muestras para análisis químico- de carbones y coque se toman con la frecuencia siguiente:

Coque banda	1 diario (incluyendo % de azufre)
Carbón carro de carga (incluye gráfica)	1 diario
Coque de petróleo (tolva No. 3)	1 diario
Carbón Americano (tolva No. 4)	1 diario
Carbón Palaú (% de cenizas)	1 diario
Carbón Palau (incluye gráfica)	1 semanal
Carbón Barroterán (% de cenizas)	1 diario
Carbón Barroterán (incluye gráfica)	1 semanal
Carbón Aura (% de cenizas)	1 diario
Carbón Aura (incluye gráfica)	1 semanal

determinación de pe

ZONA DE MUESTREO DE CARBON Y COQUE.



so volumétrico diario en carbón, después de los molinos y en el mezclador de carbones, se toman diariamente muestras para análisis de mallas en el mezclador de carbones.

Diariamente se efectúan análisis de mallas de muestras de coque.

Para determinación de pruebas físicas (Shatter y Tumbler), porosidad y peso volumétrico, se toman muestras de coque una vez por semana.

Siendo la calidad del coque lo que más se controla, por su análisis químico y humedad, se hicieron pruebas para análisis, cada hora (del cual se hizo el compósito) y se comparó con la muestra tomada normalmente, encontrándose poca diferencia entre ellas. Para el caso de humedad, se obtuvieron resultados semejantes entre muestras tomadas normalmente y muestras tomadas cada hora.

-ANALISIS E INTERPRETACION-

La mayoría de las pruebas que se siguen para carbón y coque están basadas en métodos standar de la A.S.T.M., en este trabajo se hará mención de las pruebas ordinarias realizadas en control de carbón y coque así como otras determinaciones que se siguen en carbones que requieren análisis mas completo y que generalmente son muestras de estudio.

Análisis de carbones.- Las determinaciones rutinarias que se hacen en carbones recibidos, consisten en determinaciones aproximadas; humedad y análisis químico - principalmente.

Determinación de humedad total.- De la muestra tomada de carbón recibido, se pesa un kilogramo, se coloca - en una charola metálica tarada y se pone a secar en la estufa, a una temperatura no menor de 105°C ni mayor de 200°C Se reporta el % de humedad, de acuerdo con la pérdida de - peso, cantidades altas de humedad no son aconsejables, ya- que se requiere calor para su evaporación.

En el análisis químico de carbones, se distingue:

a).- El análisis químico aproximado, que es el más rápido y sencillo y cuyos resultados indican la calidad — del carbón consistiendo principalmente en la determinación de humedad, materia volátil, cenizas y carbón fijo, y,

b).- El análisis químico ultimado, en el que se determinan los elementos constituyentes del carbón como son, carbono, hidrógeno, azufre, nitrógeno, oxígeno y cenizas.

El nitrógeno es determinado por el método Kjeldhal; el azufre se determina por el método de Eschka, o bien de- la bomba calorimétrica.

Para la determinación de O_2 no se ha desarrollado- aún un método satisfactorio, la operación se efectúa restando de 100 los porcentajes antes mencionados, incluyendo - el de cenizas.

Análisis aproximado.- Determinación de humedad. - Se pesa 1 gramo de muestra en una cápsula de porcelana con cubierta. Después de 1 hora de secado en la estufa, se enfría y se pesa calculando el 1% de humedad para corregir a base seca.

Determinación de materia volátil.- Representa la porción del carbón, convertida en productos volátiles cuando es calentado a 950°C ± 20°C, por 7 minutos exactamente.

Procedimiento.- Se usa un crisol de vidrio de 25 - mm. de diámetro, con tapa provisto de orificios. Se pesa 1 gramo de muestra en el crisol y se mete a la mufla eléctrica por 7 minutos. Se enfría en el desecador y se pesa.

$$\% \text{ Materia volátil} = \frac{\% \text{ Materia volátil} - \% \text{ humedad}}{\frac{100 - \% \text{ humedad}}{100}}$$

Determinación de cenizas.- Se determinan por combustión completa de una muestra de carbón. Del peso del - residuo no combustible se calcula el % de cenizas. Cantidades grandes de cenizas no son aconsejables ya que es materia inerta que consume calor.

Procedimiento.- Se pesa un gramo de muestra en un crisol de porcelana y se coloca en la mufla, metiéndolo — lentamente y a una temperatura de 700 a 750°C por 3 horas, removiéndo la muestra para asegurarse que se tiene una ignición completa.

Enfriar en el desecador y pesar.

$$\% \text{ de cenizas} = \frac{\% \text{ de cenizas}}{\frac{100 - \% \text{ humedad}}{100}}$$

Determinación de carbono fijo.- Este valor se obtiene restando de 100 los porcentajes de materia volátil y cenizas:

% Carbono fijo = 100 - % materia volátil + % de cenizas)

Análisis ultimado.- Determinación de carbono e hidrógeno. Método con horno de combustión, calentado eléctricamente.

Aparato.- Un horno de combustión calentado eléctricamente, del tipo Heraeus que consiste en tres calentadores independientes, dos de los cuales son móviles y el otro estacionario.

El aparato consiste de un tren de purificación, un tubo de combustión y un tren de absorción.

Tren de purificación.- Consiste de los siguientes reactivos colocados en orden de paso de oxígeno a través de ella: H_2SO_4, solución de KOH, y $CaCl_2$ granulado. En los barboteadores de $CaCl_2$, de H_2SO_4, y KOH, el oxígeno se hace burbujear a través de unos 5 cm. del reactivo purificador.

Tubo de combustión.- Consiste de tubo de vidrio Jena, de diámetro exterior de 21 mm. y longitud total 100 cm. Los primeros 30 cm. del tubo estarán vacíos. Siguiendo a este espacio está una cama de asbesto. Los siguientes 40 cm. se llenan con CuO; una segunda cama de asbesto separará el CuO de 10 cm. de $PbCrO_4$ fundido, que será tendido en su lugar por otra capa de asbesto, a 20 cm. del final del tubo.

El final será sacado, para conexión del tubo de hule con el tren de absorción.

Tren de absorción.- Consiste de un tubo de Marchand lleno con $CaCl_2$ granulado, para absorber la humedad. El $CaCl_2$ será saturado con CO_2 antes de usarse. Al tubo de Marchand le sigue un bulbo de Liebig conteniendo KOH al 30%, en donde impurezas como fierro ferroso o nitratos, serán oxidados por un poco de $KMnO_4$. Un tubo guardián, contenien

do $CaCl_2$ granulado e hidróxido de calcio será acoplado al tubo de Liebig, para absorber cualquier escape de CO_2 de la solución de KOH, y cualquier agua evaporada de esa solución.

Procedimiento.

Se conecta el tren a un aspirador que atraiga los productos de combustión a través del tren entero. Un tubo guardián de $CaCl_2$ previene la humedad de regreso al tren de absorción. Se mantiene la succión constante por medio de un matraz de Mariotte.

Se hacen las conexiones lo más herméticas posibles. Para checar estas conexiones se hace pasar O_2 a manera de tener 3 burbujas por segundo a través del bulbo de potasa.

La muestra de 0.2 gramos, pasada por malla 100, es colocada en una navecilla de porcelana, con un tubo pesado, de tamaño apropiado el que es tapado con un tapón de vidrio. Se coloca la navecilla en el tubo y se lleva al horno. Se conectan los tubos de absorción y se transfiere la navecilla y la muestra del tubo pesado, al tubo de combustión — que estará frío en los primeros 30 cm. El CuO estará caliente al rojo vivo y el $PbCrO_4$ al rojo opaco. Se transfiere la navecilla del tubo pesado al tubo de combustión, rápidamente.

En cuanto la navecilla esté cerca de la cama de asbesto, al comienzo del CuO, se inserta el tapón con el — tren de purificación y se hace la conexión con el oxígeno puro a manera de tener una velocidad de 3 burbujas por segundo. Por movimiento de los calentadores hacia el extremo del tubo donde entran los gases y cortando la corriente eléctrica, el oxígeno puede ser calentado bastante, para secar el tubo y su contenido. Se apaga la corriente del calentador pequeño y se mueve el calentador grande sobre el CuO, se mantiene expuesto a unos 250 mm. de esa parte del tubo de combustión, entre los dos calentadores, donde es

puesta la navecilla que contiene la muestra. Se pone la corriente sobre el calentador grande, hasta dar el CuO color rojo caliente. Cuando se alcanza esta temperatura, se reduce la corriente con el reóstato. Se conecta luego el tren de absorción y se ponen la navecilla y muestra en la parte fría del tubo, expuesta entre los dos calentadores.

Se pasa corriente a través del calentador más corto, esto se hace por manipulación del reóstato y por empujones graduales de este calentador hacia la navecilla; controlando así el aumento de evaporación de humedad y evolución de materia volátil.

Una vez que la combustión ha sido completada, se apaga la corriente del calentador más pequeña y se mueve éste hacia atrás. Se deja enfriar el tubo; se continúa circulando oxígeno por 2 minutos. Se desconectan los bulbos de absorción, se enfrían a la temperatura ambiente y se pesan.

Cálculo :

$$\% \text{ de hidrógeno} = \frac{11.19 \times \text{aumento de peso del tubo de } CaCl_2}{\text{Peso de la muestra}}$$

$$\% \text{ de carbono} = \frac{27.27 \times \text{aumento de peso en el bulbo de KOH}}{\text{Peso de la muestra}}$$

Pesar la ceniza en la navecilla para determinar su porciento.

Determinación de Nitrógeno.- Método Kjendahl Gunning. Este método tiene la ventaja sobre cualquier otro método simple, el requerir menos tiempo para la oxidación de materia orgánica y tener resultados más uniformes.

Procedimiento.- Se hierve un gramo de la muestra

con 30 ml. de H_2SO_4 (gravedad específica de 1.84), 7 a 10 g. de K_2SO_4 y 0.6 a 0.8 g. de mercurio metálico, en un matraz kjldahl de 500 ml, hasta que todas las partículas de la muestra sean oxidadas y ésta quede incolora. Seguir calentando por 2 horas más, requiriendo un tiempo total de digestión, de 3 a 4 horas. La adición de unos cristales de $KMnO_4$, después de enfriada la solución, evita reacciones violentas, con lo que se asegura una oxidación completa.

Después de enfriar, se diluye la solución a unos 300 ml. con agua fría, si esta adición calienta la solución, se enfría nuevamente, agregando a continuación los reactivos siguientes: 25 ml. de solución de K_2S, para precipitar el mercurio; 1 a 2 gramos de zinc metálico para prevenir sobrepresiones, y 80 a 100 ml. de NaOH al 18%, para tener una solución alcalina. La pérdida de N_2 por ésta adición es mínima cuando se agrega el reactivo con el matraz en posición inclinada. Se conecta después el matraz al aparato de destilación y se mezcla la solución, agitando suavemente.

Se destila el NH_3 sobre una cantidad medida y estandar de H_2SO_4, con indicador anaranjado de metilo. Se procura que el tubo que el tubo final del condensador quede abajo de la superficie del ácido. Se efectúa la destilación, hasta colectarse unos 100 a 150 ml; se titula el destilado con NaOH estándar.

Cálculo :

$$\% \text{ de } N_2 = \frac{(V \times N \text{ ácido} - V \times N \text{ sosa}) \times .014 \times 100)}{\text{gramos de muestra}}$$

<u>Determinación de azufre método de Eschka.</u>

Procedimiento 0.5 gramos de muestra son mezclados con 3 gramos de mezcla Eschka (2 partes de MgO y una parte de Na_2CO_3), colocados en un crisol de arcilla y cubiertos con un gramo de mezcla Eschka. Se coloca el crisol en la mufla a 800°C durante una hora y media. Después de ese

tiempo se saca el crisol, se enfría y se baja el contenido a un vaso de 250 ml. se digiere con agua, se filtra y lava la materia insoluble, se acidula con HCl concentrado, agregando 1 ml. en exceso; se agregan 10 ml. de solución saturada de agua de bromo, se hierve hasta eliminación de éste y se precipita con $BaCl_2$ al 10%; se filtra el precipitado, se lava con agua caliente hasta eliminación de cloruro. El precipitado se coloca en un crisol tarado, se seca en la estufa, se calcina a 900.C durante media hora. Se enfría y se pesa, reportando en % de azufre.

Cálculos:

$$\% \text{ de azufre} = \frac{(\text{Peso del crisol y precipitado} - \text{peso del crisol vacío}) \times 100 \times .1374}{0.5000}$$

Con este valor se calcula el porcentaje de azufre que permanece en el coque en la operación final, según la siguiente fórmula:

S en coque = 0.084 + 0.759 S total.

El error probable en esta ecuación, es más o menos de 0,065% en base seca.

El otro método seguido para determinación de azufre, se dará al hacer referencia de la determinación del poder calorífico del carbón.

Análisis ultimado obtenido en carbón cargado:

	Carbón cargado
% de C	65.16
% de H_2	4.54
% de cenizas	15.63
% de N_2	1.59
% de S	1.22
% de O_2	11.86

Análisis de mallas.- La muestra se toma en número de incrementos de 30 a lo ancho y espesor de la banda, obteniéndose una cantidad de 50 Kg. de la cual se usará una cantidad de 30 Kg. para el análisis.

Aparatos.- La siguiente serie de mallas es usada obteniéndose los resultados dados a continuación (muestra tomada en el lugar donde se mezclan los carbones).

Pasa	Retenido	%
	1"	0.00
1"	3/4"	1.20
3/4"	1/2"	1.33
1/2"	3/8"	2.73
3/8"	1/4"	4.87
1/4"	No. 4	7.67
No. 4	No. 7	14.27
No. 7		67.93

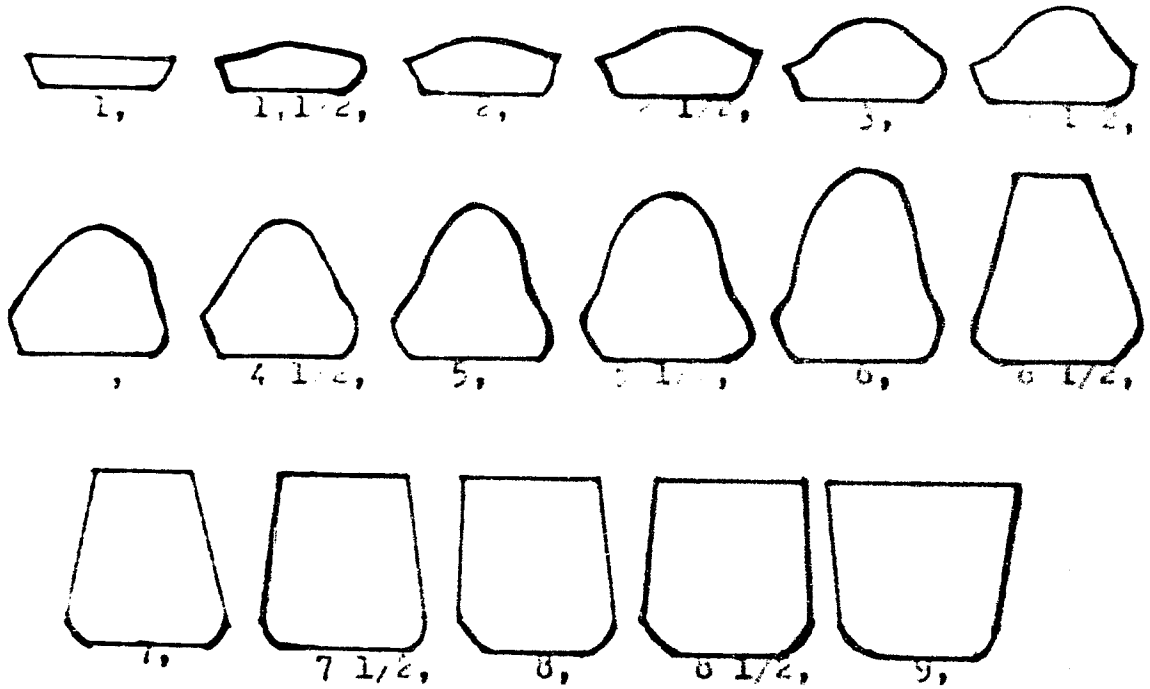
En las especificaciones de la A.S.T.M. se mencionan tamaños mayores de una pulgada y menores de malla No. 7, los cuales no se usan, ya que dichos valores darían cero por ciento de carbón pasado por dichas mallas.

Determinaciones de peso volumétrico. Dos procedimientos existen para esta prueba.

a.- Determinación de peso volumétrico no compacto, y
b.- Determinación de peso volumétrico compacto.

De estos métodos, solamente se usa el primero, ya que en las operaciones de cargado de carbón en los hornos, no se le ejerce ninguna presión.

Procedimiento. El método seguido es diferente al especificado por la A.S.T.M.. En este método se utiliza un cono cuyo diámetro mayor es de 50 cm. y el diámetro de la base es de 11.5 cm. Este cono está sostenido por un trípié, de manera que la parte inferior del cono a la base de la caja (que es de 1 pie 3 de volumen) es de 50 cm.



CONTORNOS ESPANDIDOS CORRESPONDIENTES AL INDICE DE SWELLING.

FIGURA 5

El método usado substituye al cono por una placa metálica de operación manual.

La muestra se vacía en el cajón, de igual volúmen al especificado, y a una distancia igual a la especificada (de 25 cm.). Antes de esta operación, el cajón se pesa, así como después de la prueba, multiplicando la diferencia por 35.31, que representará el peso volumétrico en Kg/m^3.

Indice de Swelling.- Este valor es un número indicativo de la propiedad de coquización de los carbones cuando se queman como combustible. En general el mayor grado de oxidación de un carbón corresponde al más bajo índice.

Aparatos requeridos.- Un mechero con diámetro exterior de 1 3/16 de pulgadas con rejillas en la parte superior, una cubierta para mantener la temperatura uniforme - un triángulo de sílica para sostener el crisol; un manómetro para controlar el flujo de gas, y un crisol de sílica con tapa manuable.

El mechero deberá calibrarse antes de empezar la determinación, de manera que se alcance una temperatura en el fondo del crisol de 800 ± 10°C en medio minuto, y 820 ± 5°C en dos y medio minuto, después de colocado el crisol en la posición debida. La base del crisol deberá estar separada de la parte superior del mechero a la distancia de 3/8 de pulgada.

Procedimiento. La muestra de un gramo (malla 60), se colocará en el crisol y se nivelará el contenido con golpes ligeros. Se cubrirá el crisol con la tapa y se colocará en el triángulo. Se aplicará la flama el tiempo necesario para eliminar la materia volátil, el que no deberá ser mayor de 2 1/2 minutos. El botón de coque se removerá cuidadosamente y se comparará con los valores estandar (figura 5). De estas determinaciones se harán un total de cuatro, y se reportará un valor cercano a la media unidad.

Puede darse el caso de carbones que no se presentan en los procesadora.

Para esta determinación se cuenta con otro aparato eléctrico, siendo el procedimiento idéntico, solo que permite controlar mejor la temperatura. En general los valores del índice de Swelling, en carbones usados en el proceso, son de 7 ó mayores.

Método para determinar las características de dilatación del carbón.- El método seguido, no es especificado por A.S.T.M., que es más largo, requiere de equipo mas costoso y los resultados son idénticos, sino que se sigue el método Koppers (alemán) que se menciona a continuación, y que permite saber el grado de expansión o contracción de un carbón.

Requerimientos.-

a).- Densidad de carga uniforme. Altura del carbón 3.7 cm; colgar cuidadosamente la pesa de la carga.

b).- Controlar cuidadosamente el centro de rotación del brazo de palanca, punto de apoyo en el émbolo y punto de suspensión de la pesa de carga.

c).- Mantener la presión del gas a 3.5 cm. de agua; altura de la llama 22 cm. altura del fondo del crisol a la boca del mechero 7 cm.

La coquización se efectúa en crisol de acero, provisto de un fondo cribado intercambiable. La perforación del fondo es con el fin de permitir la salida de los humos resultantes de la coquización. Antes de cada determinación, tanto el crisol, fondo y émbolo, deberán estar completamente limpios.

Procedimiento.- Se tapan las paredes del crisol con papel de asbesto de 30 cm. de longitud y 5.5 cm. de ancho; se cubre el fondo con 2 discos de papeles de asbesto y se vacía la muestra de 80 gramos de carbón seco, cuya al

tura deberá ser de 3.7 cm. que corresponde a una densidad 750 - 700 kg/m^3 de cartón seco; cubrir con dos discos de papel de asbesto y colocar el cuerpo de sillimanita, y sobre éste colocar el émbolo, de modo que sus 4 aberturas de salida, montadas en el fondo, resulten exactamente enfrente de las gargantas del cuerpo de sillimanita.

A continuación se pondrá el crisol en el anillo de chamota.

Antes de cargar el émbolo, debe cerciorarse que éste se pueda mover fácilmente. Entonces se colocará sobre dicho émbolo el brazo de palanca, de manera que las distancias entre su centro de rotación, hasta el punto de apoyo, encima del émbolo, y desde aquí hasta el punto de suspesión de la pesa de carga, resulte exactamente en relación 1:2. El punto de suspensión del peso de la carga viene marcado.

El crisol se apoyará en el anillo de chamota, de manera que la llama del mechero toque solo el fondo y no las paredes laterales.

La calefacción se efectúa mediante un mechero teclú con una presión de gas de 3.5 cm. de columna de agua y con gas de poder calorífico de 4000 calorías.

Una vez puesta la pesa de carga, se ajusta el tambor envuelto en hoja de papel gráfico de manera que la punta para escribir se encuentre en el punto cero del papel gráfico. En estas condiciones de empieza la determinación, colocando el mechero debajo del crisol, por espacio de cuatro horas.

Interpretación.- Una contracción abajo de la línea de referencia con mínimo de 12 mm. (6 espacios), es aceptable. Espacios menores de 12 mm. son peligrosos, siendo más peligrosos cuanto más se acercan a la línea de referencia, y aún más, si sube sobre ésta. La expansión -

es perjudicial, pues puede romper la presión misma en el momento de efectuarse la coquización.

La expansión o contracción no está en función del contenido de materia volátil del carbón.

La coquización es independiente de la expansión o contracción.

Determinación del punto de fusión en cenizas de carbón.

El método aplicado, que es el del horno eléctrico, requiere de observaciones estrictas para obtener resultados aceptables.

En la determinación se observan además de la fusibilidad de las cenizas, las siguientes denominaciones:

a).- Temperatura inicial de deformación, que se observa cuando en el ápice del cono se forma un pequeño arco.

b).- Temperatura de suavización que se observa cuando la altura es igual al ancho de la base del cono.

c).- Temperatura "hemisférica", que se observa cuando la altura es igual a la mitad de la base del cono.

d).- Temperatura flúida, que se observa cuando el cono funde casi por completo.

Aparatos y materiales necesarios:

Horno eléctrico, que mantenga la temperatura uniforme, con atmósfera oxidante y que disponga de una mirilla para observar el cono de ceniza durante el calentamiento.

Molde para conos. Un molde apropiado para conos de 3/4 de pulgada de altura, y 1/4 de pulgada de ancho.

Un soporte refractario para los conos de cenizas.

Atmósfera oxidante. En el horno eléctrico usado se regulará la corriente de aire.

Preparación de Cenizas.- Se utilizará una muestra de carbón pasada por malla No. 60 que se colocará en una cápsula de porcelana, se calentará suavemente en la mufla hasta llegar a los 750°C, hasta que las cenizas sean quemadas totalmente. Las cenizas se reducirán mediante un mortero, a malla No. 100.

Preparación de conos.- En un pequeño mortero se coloca la ceniza, se agregan gotas de solución clara de dextrina al 10%, conteniendo ácido salicílico al 0.1%. Se coloca la mezcla anterior en las formas para conos, sacándolos cuidadosamente. Se secan en la estufa y después se montan sobre el soporte refractario, usando para ello una mezcla de caolín y alúmina humedecida.

Procedimiento.- Colocar el soporte con los conos en la mufla, que debe tener una temperatura de 400°C, y controlar el calentamiento de manera que éste sea de 15 ± 5°C (8.5 ± 2.8°C) por minuto, hasta que la prueba termine, reportando las temperaturas observadas, según se especificó antes. Los valores prácticos obtenidos varían entre 1200 y 1400°C, dependiendo de dichos valores del contenido de SiO_2 en las cenizas; a mayor contenido de SiO_2 mayor en el punto de fusión.

Determinación de poder calorífico de carbones.- Esta determinación se efectúa en la bomba calorímetrica de Parr y requiere sólo de una pequeña cantidad de muestra (0.9000 g); es aplicable para coque, aceites y gasolina.

La muestra es completamente quemada, en la que el calor desarrollado es absorbido por una cantidad de agua determinada, con lo cual es posible calcular las cantidades de calor liberado.

Características de la bomba.- Esta emplea un medio de combustión, consistente de una mezcla íntima de Na_2O_2 y $KClO_4$. Una muestra, tal como carbón, al combinarse con estos reactivos puede ponerse en ignición por medio de un-

alambre y ser quemada completamente. Los productos gaseosos de la combustión son absorbidos por los reactivos que quedan como costra en el crisol de fusión. Dicha costra está formada por Na_2O, NaOH y sales de sodio. Las cenizas residuales se disuelven al colocarse la muestra fundida en agua caliente, en la que se hace la determinación de azufre. Esta bomba tiene ciertas limitaciones; no todos los materiales carbonosos pueden ser oxidados completamente por el Na_2O_2, en tal caso, es necesario agregar reactivos auxiliares para ayudar a la combustión, haciendo las correcciones necesarias al hacer tales adiciones.

Partes principales de la bomba.

a).- Un crisol cerrado, en el que la muestra es quemada.

b).- Un recipiente con agua en el que se sumergen la bomba y el termómetro.

c).- Una chaqueta calorímetrica, en la que queda aislado del calor desprendido, y de los efectos de variación de temperatura durante la prueba.

d).- Un termómetro de precisión para medir la temperatura, en un rango de temperatura resultante de la prueba de muestra. Las conexiones eléctricas están hechas de tal manera, que la carga puede ser quemada por una resistencia eléctrica (alambre), que sirve como fusible. La bomba está diseñada para permitir una máxima temperatura y soportar entrecorte contínuo.

Tamaño de muestra.- La bomba está diseñada para usar cierta cantidad específica de muestra, y no más. Cantidades excesivas pueden producir condiciones explosivas. A continuación se mencionan las cantidades de muestra usadas y el peso de los reactivos:

a).- Para carbón bituminoso.

Muestra	0.5000 g.
$KClO_4$ (acelerador)	1.0000 g.
Na_2O_2	15.0000 g.

b).- Para coque:

Muestra	0.5000 g.
Acido benzoico	0.3000 g.
$KClO_4$	1.0000 g.
Na_2O_2	15.0000 g.

Procedimiento.

a).- Pesar la muestra y reactivos requeridos en el crisol y mezclar bien.

b).- Debe asegurarse que el alambre de fusión esté bien sujeto.

c).- Agregar al crisol Na_2O_2 (medido) y mezclarlo. Se coloca el crisol y el tubo que contiene el alambre para fusión dentro de una cubierta y se enrosca perfectamente.

d).- Meter el dispositivo anterior en el recipiente que contiene 2 litros de agua destilada, ajustando su temperatura a 1.5 O 2 °F arriba de la temperatura ambiente.

e).- Colocar el recipiente con agua y el dispositivo en la bomba, ponerle la tapa, insertar el termómetro y la unión para iniciar la ignición; conectar el enchufe de la bomba.

g).- Se mantiene en funcionamiento la bomba por 5 minutos para equilibrar la teperatura.

h).- Se toman lecturas cada minuto por no menos de 5 minutos, o hasta que no haya variación.

i).- Después del período anterior, se cierra el circuito de ignición para quemar la muestra, lo cual se lo

gra apretando el botón de combustión y haciendo la conexión en la terminal del dispositivo que contiene el crisol.

j).- Tomar lectura de la temperatura anterior cada 30 segundos, hasta que se observe una temperatura máxima.- Después de observada ésta, hacer lecturas cada minuto durante 5 minutos. Las lecturas termométricas deberán hacerse con lente.

k).- Después de los 5 minutos del período de enfriamiento, el aparato es desmantelado, con lo cual se remueve el crisol, cuya masa remanente deberá estar bien uniforme y bien moldeada, de manera que no presente trazas de carbón no quemado. El residuo en el crisol, se usará para determinación de azufre, disolviendo el contenido en un vaso conteniendo agua caliente, filtrar, neutralizar el filtrado con HCl y agregar 1 ml en exceso siguiendo la determinación como en el método Eschka. Este valor así como el de cenizas (que se hará por separado), servirá para los cálculos finales del poder calorífico.

Correcciones de combustión para la bomba calorimétrica Parr.

Fusión de alambre y resistencia eléctrica	0.005 °F
Cenizas, multiplicar el porciento por	0.005 °F
Azufre, multiplicar el porciento por	0.010 °F
Acelerador (1,0000 g.de $KClO_4$)	0.200 °F
Acido benzoico total para combustión e hidratación de 0.3000 g.	2.213 °F
Factor de hidratación para 0.5000 g. de muestra en:	
Carbones bituminoso de alto y baja volatilidad	0.70 °F
Carbones sub-bituminosos	0.170°F

Ejemplo: A continuación se reporta una determinación de poder calorífero en carbón americano.

Minutos	Segundos	Temperatura °F	
1	0	82.60	
2	0	82.60	
2	30	82.60	(encendido)
3	0	84.70	
3	30	85.75	Temp. = 4.55
4	0	86.29	Tiempo = 4 min.
4	30	86.62	
5	0	86.88	% de cenizas=8.24
5	30	87.03	% de azufre=0.83
6	0	87.10	
6	30	87.15	Final
7	0	87.15	
7	30	87.17	
8	0	87.18	
9	0	87.18	
10	0	87.18	
11	0	87.18	

Temperatura final	87.150
Escala de corrección	+ 0.027
Temperatura final verdadera	87.177

Rango de temperatura ganada después de la temperatura final:

$$\frac{87.15 - 87.18}{5} = -0.006$$

Temparatura final corregida por radiación ;

$$(5-1) \times -0.006 \qquad \begin{array}{r} -0.024 \\ \hline 87.153 \end{array}$$

Correcciones por combustión	
Fusión de alambre	0.005 °F
Cenizas (8.24 .005)	0.041 °F
Azufre (0.83 x .01)	0.008 °F
Acelerador	0.200 °F
Hidratación	0.070
	0.324
Temperatura final corregida	86.829
Corrección a la temp. final:	
Temperatura inicial	82.600
Escala de corrección	- 0.050
	82.550
Rango de temperatura neta corregida	4.279

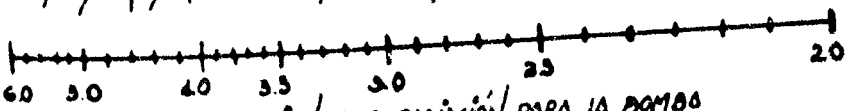
Poder calorífico: BTU/lb = $\frac{4.279 \times 0.73 \times 2113.7}{0.5}$

= 13,205

TIEMPO TOTAL EN MINUTOS DE INCREMENTO DE TEMPERATURA.

CORRECCION EN °F

TEMPERATURA FINAL MAXIMA MENOS TEMPERATURA INICIAL DE CHAQUETA



CORRECCION POR RADIACIÓN PARA LA BOMBA CALORIMETRICA.

Análisis de Coque.- Las principales determinaciones que se siguen en el coque son: humedad, análisis químico (materia volátil, cenizas carbono fijo) azufre, peso volumétrico, análisis de mallas, pruebas físicas (Shatter y Tumbler), gravedad específica real.

Determinación de humedad total.- Para esta determinación, es pesada una muestra de 1 kilogramo, en una charola metálica tarada y colocada luego en una estufa a 105 °C - 200 °C de temperatura, durante una hora y pesar. Reportar la humedad en porciento. Este valor deberá ser mínimo para tener una buena combustión en los altos hornos.

Análisis químico de coque.- Determinación de humedad. - De la muestra pasada por malla No. 100, es pesada en un crisol tarado una muestra de 1 gramo, secado a la estufa por una hora a 105 °C, enfriada, después pesarla. Este valor servirá para reportar el análisis químico en base seca.

Determinación de materia volátil.- La muestra pesada de un gramo (malla No. 100), es colocada en un crisol tarado de vidrio de 20 ml. de capacidad, 30 mm. de altura;- este crisol deberá estar provisto de una tapa.

Procedimiento.- El crisol es colocado en una mufla a 950 ± 20 °C; después de 2 o 3 minutos colocarle la tapa y continuar el calentamiento hasta completar 7 minutos exactamente. Se enfría en el desecador y se pesa.

$$\% \text{ de materia volátil} = \frac{\% \text{ de materia volatil} - \% \text{ de humedad}}{\frac{100 - \% \text{ de humedad}}{100}}$$

Determinación de cenizas.- El procedimiento seguido es idéntico al usado para carbones, sólo que la temperatura es elevada a 950 °C, durante 3 horas, removiendo la muestra para permitir una ignición completa.

Determinación de carbono fijo.- Este resultado se obtiene sumando los valores de cenizas y materia volátil y restando a 100, dichos valores.

% de carbono fijo = 100 - (% cenizas + materia volátil)

Determinación de azufre.- El método seguido es el de Eschka que se describió al hacer referencia de análisis de carbones. El valor máximo obtenido en ésta determinación es de 1.18 a 1.20 %. Valores mayores no son aconsejables ya que el coque es la materia prima que más azufre podría suministrar al arrabio.

Análisis de mallas.- Esta determinación tiene por objeto separar fracciones de coque de tamaño definido, para saber el porcentaje de esos tamaños contenidos en la muestra.

Se usan cribas metálicas cuadradas con orificios cuadrados.

Se usa balanza con sensibilidad de 50 gramos.

Muestras para prueba.- Deberá ser representativa de la muestra respectiva. La muestra tomada de la banda transportadora, a todo lo ancho, es pesada y pasada por mallas siguientes: 2 3/4", 2 1/2", 2", 1 1/2", y 1".

Los pesos de las fracciones de tamaño se reportarán en porciento en peso de la muestra total y se podrá hacer por fracciones separadas o acumulativas.

La determinación del tamaño es especialmente importante, ya que forma parte integral de las pruebas restantes.

Determinación de peso volumétrico.- Se utiliza una caja de 1 m^3 de volúmen.

Procedimiento.- La caja para la determinación se tara y se llena de muestra con pala, no deberá ser agitada o de

jarse caer mientras se nivela o llena, se pesa la caja- reportándose el resultado en Kg/m^3.

Pruebas Físicas

Prueba Shatter.- Tiene por objeto determinar la resistencia del coque al quebrarse cuando se deja caer bajo condiciones específicas. Esta prueba es la más usada para evaluar la resistencia del coque. El porcentaje del coque retenido en 2" es el índice de Shatter y así se reporta, aunque normalmente se reporta el análisis de mallas resultante de la prueba.

Tamaño de muestra.- Los tamaños usados para la prueba serán mayores de 2" de una muestra representativa de 20 kgs, dejándose caer 4 veces sobre una placa de acero y a una altura de 183 cm. Una vez efectuada esta operación se criba el coque. Los valores hallados en la prueba indican si el coque está o no propenso a ser quebradizo durante el traveeto y manipulación.

El equipo usado consiste en una caja, una placa, un soporte, cribas y una báscula.

a).- Caja.- Una caja de 44.7 cm. de ancho, 71 cm. de largo y 38 cm. de profundidad.

b).- Placa de acero de 112 cm. de largo, 96.5 cm. de ancho y no menos de 1.2 cm. de grueso.

c),- mecanismo que permita levantar, bajar y fijar fácilmente la caja. Se usan charolas metálicas para colectar y pesar la muestra cribada.

Las cribas se usarán de las siguientes aberturas:- 1 1/2", 1", 1/2".

Procedimiento.- Pesar 20 kg. de coque y pasarlos cuidadosamente a la caja. Colocar la caja a la altura correspondiente y dejar caer la caja, quitando la aldaba; bajar la caja a la posición inferior, cargar la caja nueva-

mento, llevarlo a su posición normal y repetir la operación por 4 veces.

Colectar la muestra resultante y cribarla.

Reportar, según se especificó antes.

Prueba Tumbler.- Esta prueba es una medida de la resistencia del coque a desgastarse por impacto y abrasion.

Aparato.- Consiste en un tambor de acero de 91 cm. de diámetro 45.7 cm. de longitud y espesor de 0.63 cm; consta además, de una puerta bien sellada por donde se mete la muestra. Durante la prueba, la puerta deberá estar bien cerrada y tener precauciones que tenga la superficie suave, para evitar pérdidas.

Una muestra de coque (20 Kg.) es colocada en el aparato y puesta a girar a un tiempo y número de revoluciones determinadas.

Muestra.- El tamaño de la muestra usada no deberá ser menor de 2" y su contenido de humedad mayor de 5%.

Cribas.- Las cribas usadas en la determinación son las siguientes: 2", 1 1/2", 1", 1/2" y 1/4".

Procedimiento.- La muestra (20 Kg) se colocará dentro del aparato, se cierra éste perfectamente y se hace girar el tambor a 24 ± revoluciones por minuto, hasta completar 1400. Se remueve todo el coque del tambor y se criba. Pesar por separado las cantidades retenidas en cada criba.

Los porcentajes reportados serán acumulativos, indicando los valores obtenidos en 1" y 1/4" respectivamente, la estabilidad y dureza.

Determinación de porosidad.- El porciento de porosidad se calculará a partir de la gravedad especffica apa-

rente de la muestra libre de humedad, y la gravedad especifica real libre de humedad.

$$\% \text{ de porosidad} = \frac{100 - 100 \times \text{gravedad específica aparente}}{\text{gravedad específica real.}}$$

Determinación de gravedad específica aparente.- El aparato usado para esta determinación consiste en un recipiente con dimensiones de 33 cm. de altura, 55.8 cm. de largo y 28 cm. de ancho y con un canal de salida.

b).- Una caja con una malla metálica, con orificios cuadrados, de 1.25 cm. y en retenedores apropiados para maniobrar la muestra de coque, de manera que tenga acceso en el primer recipiente.

c).- Un recipiente de 11 1/2 lts. para recibir el agua desalojada.

d).- Una charola de 38 cm^2 y 7.6 cm. de alto, para pesar el coque.

La muestra usada deberá tener un tamaño que no pase por la malla de 1".

Procedimiento.- Al recipiente se le agrega agua hasta que el nivel esté arriba del tubo de salida. Colocar la muestra de coque, pesada y seca, en la caja y bajarlo. Dejar que la caja permanezca en el agua por 15 minutos, con agitación ocasional, para separar burbujas de aire que se hayan adherido a la superficie del coque, sin mover la posición del recipiente. Al final de los 15 minutos quitar el corcho y dejar que el agua sea desplazada y recogida en un recipiente pesado y adecuado, dejando que gotee, 1 minuto. Remover el coque mojado de la caja y pesarlo. Determinar el peso del agua desalojada y recogida en el recipiente.

La gravedad específica aparente se calculará de la siguiente forma:

$$\text{Gravedad esp. aparente} = \frac{A}{B + (C - A)}$$

A = Peso del coque seco

B = peso del agua desalojada por el coque húmedo

C = peso del coque húmedo.

Gravedad específica real.- Para su determinación, se hace uso del picnómetro de Hogarths' cuya tapa tiene terminaciones tubulares y con capacidad de 100 ml.

El procedimiento consiste en secar primeramente el picnómetro en la estufa, enfriarlo, pesarlo vacío, pesarlo agregar 10 g. de muestra seca pesada por la malla 200, agregarle agua hasta la mitad, ponerlo a hervir en una parrilla eléctrica durante una hora. Completar el volúmen con agua hasta la marca (enfriar a 25 °C) y pesar nuevamente.

Cálculo de gravedad específica real =

$$\frac{(b-a)}{(b-a) - (d-c)}$$

Picnómetro vacío = a
Picnómetro + muestra = b
Picnómetro + agua c
Picnómetro + muestra + agua = d

Esta determinación es referida al coque fino, cuyo valor es mayor respecto al obtenido en la gravedad específica aparente, que a su vez es referido al coque en su forma irregular, en trozos. Estos valores se controlan entre 2 a 2.1 y de 0.9 y 1.1 respectivamente y un valor para porosidad entre 47 y 52 %.

Control análitico de los subproductos obtenidos.- De las diferentes secciones de subproductos de la planta de coque, los análisis se controlan, en un 90%, por destilación. Los subproductos de muestreo, como se mencionó antes, se reducen a tomas directas de muestras en válvulas, ésto es, en las diferentes plantas(de alquitrán, aceite ligero e hidrorefinación). A continuación se reportan los métodos de análisis seguidos en los diferentes subproductos obtenidos.

Planta de sulfato de amonio.- Aquí se controla el licor resultante, después de que las sales de amonio se han procesado para obtener el $(NH_4)_2SO_4$. Los valores resultantes de amoníaco libre y amoníaco fijo indican o dan idea de la recuperación que se ha tenido en el proceso.

Procedimiento.- La muestra de licor (50 ml) es colocada en cada matraz (2) para determinación de amoníaco libre y amoníaco total, esto se hace en matraces Kjendhal; para el primer caso, la muestra sólo se diluye con agua. En el segundo caso se agrega sosa al 18%, y en ambos casos se destila al mismo tiempo en el aparato de destilación, recogiendo el destilado en soluciones estándar de ácido sulfúrico 0.1 N. Se conecta un mínimo de 100 ml. y se titula con NaOH. 0.1N calculando en gramos / litro de amoníaco libre y amoníaco total y por diferencia el amoníaco fijo.

Planta de alquitrán.- Los productos obtenidos, aceite ligero, naftalénico antracénico y de lavado, se controlan por destilación. El equipo requerido es el siguiente:

a).- Matraces de las dimensiones siguientes (capacidad 300 ml.)

Diámetro exterior (mínimo)	86 ± 1.5 mm.
Diámetro interior del cuello	22 ± 1.0 mm.
Altura del matraz	131 ± 1.5 mm.

b) Tubo condensador

Diámetro exterior (menor)	12.5 ± 1.5 mm.
Diámetro interior (mayor)	28.5 ± 3.0 mm.
Longitud	100 ± 5 mm.

c).- Cubierta metálica con asbesto y 2 cubiertas -- (en mitades) para la parte superior con orificios entre — ellas.

d).- Mechero con cubierta cilíndrica, metálica.

e).- Vasos de 150 ml. de vidrio.

f).- Balanza.

g).- Termómetro para altas destilaciones A.S.T.M.- rango - 2 a 400 °C.

Conexiones.- El termómetro debe ir en un tapón de corcho insertado en el matraz; conectar el refrigerante de manera que la distancia entre el extremo del tapón de corcho en el tubo del matraz al extremo del refrigerante sea entre 300 y 400 mm.; soportar el refrigerante con pinzas.

Procedimiento.- El procedimiento seguido en los - productos (aceite ligero, naftalénico, de lavado y antracénico) es el siguiente: pesar 100 g. de muestra en el ma— traz, hacer las conexiones debidas, colocar el vaso en que se recogerá el destilado (tarado previamente y aplicar calor de manera que la primera gota, al final del refrigerante caiga en 5 a 10 minutos; después de 2 minutos de que ha caído la primera gota, ajustar la velocidad de manera que caigan de 50 a 70 gotas por minuto. Se calienta el refrigerante cuando se acumula el destilado que solidifica.

Las lecturas en el termómetro o porcientos de destilado se reportan de la manera siguiente (ejemplos prácticos obtenidos):

QUIMICA

Aceites	Ligero	Naftalénico	de Lavado	Antracénico
1a.Gota °C	75	206	224	313
5%	86	208	228	323
10%	90	210	232	328
90%	180	216	280	
95%		218	286	
Punto de solidificación % a 360 °C		69.5		60.0

Las correcciones que se hacen, son solo por altitud sobre el nivel del mar, ajustando la temperatura según la siguiente tabla:

El punto de soldificación, en el caso del aceite — naftalénico, se determina por aparte. Se usa un tubo de — ensaye con tapón de corcho, termómetro y agitador de cobre con terminación en círculo.

Corrección (por altitud) de la temperatura.

Altura sobre el nivel del mar en pies	Fracción de temperatura para varias altitudes en °C					
0	170	200	235	270	300	355
1000	169	198	233	268	298	353
1500	168	198	232	267	297	352

Cuando los valores obtenidos son diferentes a los- especificados, se controlan en dicha planta por presión y- temperatura principalmente.

La brea, que es otro de los productos obtenidos, se controla sólo por su punto de ablandamiento, por el método de"anillo y bola".

Material requerido.

a).- Un anillo de dimensiones específicas.

b).- Una bala de acero de 9.53 mm. de diámetro y un peso de 3.45 a 3.55 g.

c).- Un aparato metálico conteniendo el soporte en que se colocará el o los anillos (dos máximo) y el termómetro que irá sujeto a un soporte.

d).- Un vaso de vidrio de 800 ml. que se colocará a 12.7 cm. (su fondo) de la parte superior del mechero.

El anillo deberá colocarse en posición horizontal y a una distancia de 10 cm. del fondo del vaso. El termómetro queda suspendido, de manera que el fondo del bulbo esté al nivel del fondo del anillo, pero sin tocar el orificio.

Procedimiento. La muestra se colocará sobre el anillo, que estará sobre una base metálica con grasa; se enfría y se coloca dentro del vaso, que deberá contener agua. Se coloca la bala sobre la muestra. Se calienta el vaso, a manera de elevar la temperatura 5°C por minuto. La lectura (punto de ablandamiento) se toma cuando la bala cae en el fondo del dispositivo en que va la muestra. Los valores varían de acuerdo con la temperatura del horno y según los pedidos requeridos.

Otro producto obtenido (mezcla de los diferentes aceites obtenidos), que es la creosota, se controla por destilación, que se efectúa de manera similar a los aceites antes mencionados, debiendo cubrir las siguientes especificaciones:

Hasta 210 °C máximo	5.0 %
Hasta 235 °C	5 a 25 %
Hasta 270 °C mínimo	20%
Hasta 355 °C	60 a 85 °C

De las muestras de la planta de recuperación de aceite ligero, se analizan muestras de aceite de lavado usado en los lavadores de gas, para saber la cantidad de

aceite ligero que se está recuperando en el gas. Esto se hace mediante destilación, usando muestra de un litro y colocándola en una matraz de fondo plano de 2 litros. Se hace la destilación con lo cual se controla, por un lado el llamado aceite de lavado pobre que es el que recuperó el aceite ligero contenido en el gas, y el aceite de lavado rico que se usará para dicha recuperación. Los valores obtenidos son los siguientes.

Aceite de lavado:	Pobre	Rico
% de humedad	0.01	0.10
% a 180 °C	0.16	0.44
% a 210 °C	0.31	0.82

Por aparte se controla la destilación de aceite ligero crudo que se usará posteriormente para la obtención de benceno, tolueno, xileno y nafta cuyo valor a 180 °C debe ser mínimo 95%.

Planta de hidrorefinación. De esta planta se controlan los productos obtenidos: benceno y tolueno esto es por destilación principalmente.

Para ello se requiere el siguiente material:

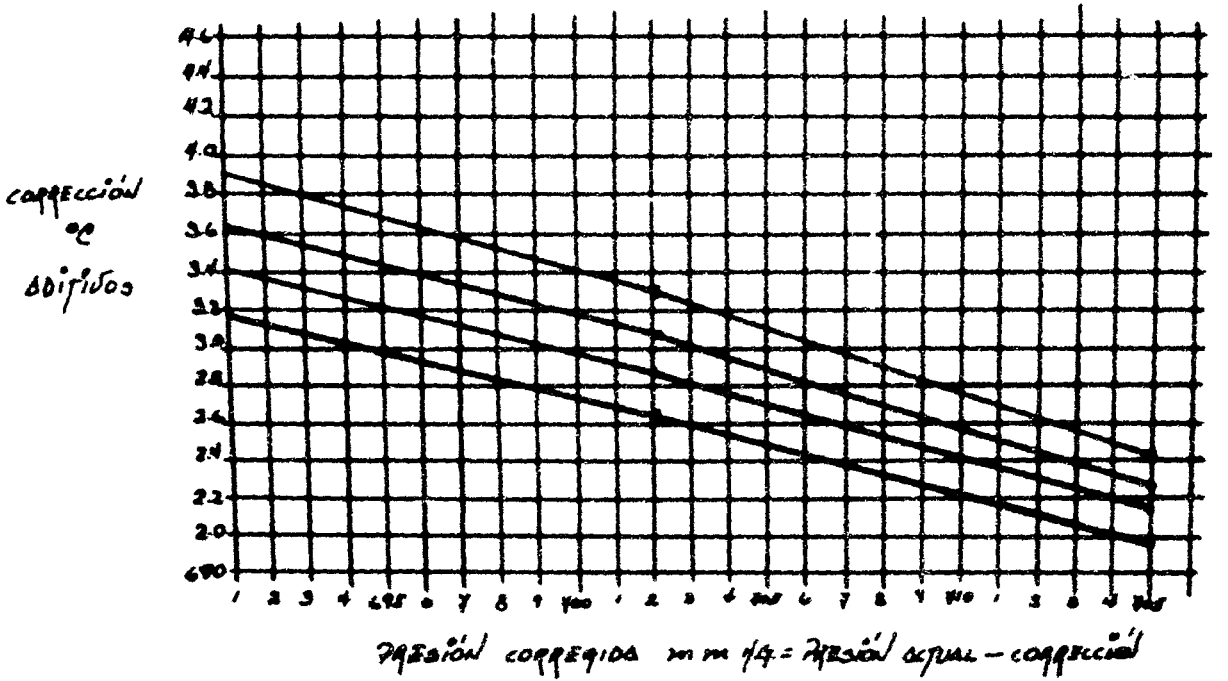
a).- Termómetro graduado en 0.2 °C de intervalo y rango de 70 a 110 °C para benceno y tolueno.

b).- Un tubo condensador de 600 a 610 mm. de longitud de los cuales 375 mm. deberán estar en contacto con agua que estará en un baño y a una temperatura entre 10 y 20 °C.

c).- Lámina de cartón de asbesto con agujero circular de 2.5 cm de diámetro y un escudo de metal encerrando al mechero serán usados como soporte del mechero.

d).- La muestra deberá filtrarse antes de destilarse para remover contenidos de agua.

CORRECCIÓN AL PUNTO DE EBULLICIÓN PARA DESTILACIONES



El aparato se monta como sigue: El matraz (Engler de 250 ml. de capacidad) con tubo de salida extendido a través de un tapón de corcho a 5 cm. dentro del tubo condensador. El termómetro de destilación deberá estar soportado en el cuello del matraz por medio de un tapón de corcho de manera que la parte superior del bulbo está a nivel más bajo de la unión entre el tubo de salida.

Procedimiento. Medir 100 ml. de muestra de la probeta graduada a temperatura ambiente y se pasa al matraz de destilación escurriendo por 15 segundos. Se conecta el matraz al condensador y aparato. La probeta se coloca en el extremo inferior del tubo condensador para recibir el destilado.

Se calienta el matraz despacio y se regula el flujo de calor de manera que la primera gota en la probeta no sea ni menor de 5 minutos ni mayor de 10 minutos. Se controla la velocidad de destilación a 5 o 7 ml. por minuto, continuando la destilación hasta sequedad. El % final obtenido deberá ser 97 mínimo.

Anota las lecturas cuando cae la primera gota, cuando se destila 5%, 10% cada otros 10%, 90% y 95% y cuando el líquido desaparece. Las correcciones hechas son solo por presión y temperatura según la gráfica dada después de reportar los análisis obtenidos en benceno y tolueno.

	Benceno	Tolueno
1a. Gota °C	79.90	110.10
5 % °C	80.00	110.20
10 % °C	80.00	110.20
20 % °C	80.00	110.20
30 % °C	80.05	110.20
40 % °C	80.10	110.20
50 % °C	80.10	110.20
60 % °C	80.10	110.25
70 % °C	80.10	

	Benceno	Tolueno
80 % °C	80.12	110.30
90 % °C	80.15	110.35
95 % °C	80.20	110.40
Punto seco	80.40	110.60

De la sección de alambiques es obtenido, xilol 3°- y nafta, cuyo control se efectúa por destilación y usando- el método descrito en destilación de benceno y tolueno so- lo que usando termómetro de mayor graduación (110 a 160 °C y de - 2 a 300 ° C) para xilol y nafta respectivamente: De los análisis efectuados se reportan los siguientes datos:

	Xilol 3°	Nafta
1a. Cota °C	135.90	143.10
5 % °C	136.50	147.30
10% °C	136.90	152.10
20% °C	137.00	154.10
30% °C	137.10	157.80
40 % °C	137.20	160.70
50 % °C	137.30	161.80
60 % °C	137.40	163.10
70 % °C	137.60	168.10
80 % °C	137.70	171.10
90 % °C	138.20	176.10
95 % °C	138.80	180.20
Punto seco °C	139.70	186.20

Todos los valores de destilación para benceno, to- lueno, xileno, nafta. Se controlan por su destilación por especificaciones que se siguen para cada producto.

Gases.- Por separado se lleva un control de gas- procesado, por contenido de amonfaco y alquitrán antes del saturador; amonfaco antes y después del saturador; naftale no después de los lavadores de gas, aceite ligero antes y- después de dichos lavadores y análisis del gas resultante.

Determinación de amoníaco, Material y reactivos.— Se usan dos frascos lavadores de gas, uno que sirve como trampa y el otro en el que se agrega H_2SO_4 de concentración conocida y dependiendo de la concentración que debe traer el gas.

Procedimiento. La línea es purgada primeramente. Se hacen conexiones con mangueras de la línea anterior a los frascos lavadores y de éstos al medidor de gas o se toma la lectura de gas pasado, su temperatura la presión. Se corrige el volúmen de gas a condiciones normales y se reporta en g/M^3 o por 100 m^3 segun sea antes o después del saturador. El resultado nos dá idea de la cantidad de amoníaco que entra al saturador y la que se recupera respectivamente.

Alquitrán en el gas antes de los saturadores.- Se usa el método de la cámara (comparativo). Utiliza una cámara metálica de 2 partes entre las cuales se colocan 2 papeles filtros No. 7 sellados mediante empaque y colocando un frasco lavador de gas antes de la cámara como trampa. Se purga la línea se hacen las conexiones con mangueras - línea de gas, trampa, cámara medidor, se toma la lectura de gas que se pase, presión y temperatura y se hacen correcciones del volumen de gas a condiciones normales, se compara la muestra resultante en los papeles filtro con unos patrones y se reporta en g/100 m^3 de gas. El valor resultante indica si el alquitrán fue totalmente separado en los precipitadores eléctricos o no. En este caso la sal (sulfato de amonio) saldrá gris dependiendo de la concentración del alquitrán que no se separe.

Naftaleno en el gas después de los lavadores.- Consiste en montar el siguiente tren de absorción: 1 frasco lavador con H_2SO_4 diluído, 1 frasco lavador vacío y 2 frascos lavadores conteniendo ácido pícrico (concentración 12 g/litro) estos colocados en baño de agua fría.

Procedimiento.- Primeramente se titulan 100 ml. de ácido pícrico usando rojo de metilo como indicador, con NaOH. 0.2N. Se anota este valor(V_1). Se conecta el tren anterior me

diante mangueras (primeramente a la línea, que deberá purgarse) en el orden mencionado y de los frascos con ácido pícrico (100 ml. cada uno), al medidor de gas). Se pasa éste hasta que aparezca precipitado en el último frasco que contiene ácido pícrico. Se toman las lecturas de temperaturas y volúmen de gas y se corrige éste a condiciones normales. Se mezclan los contenidos de los frascos con ácido pícrico, se filtra deshechando la primera 50 ml. Se titulan 100 ml. de los restantes y se anota este volúmen (V_2) gramos de naftaleno = $(V_1 - V_2) \times .0256 \times 2$

Se reporta en g/M³ de gas.

El valor resultante indicará la cantidad de naftaleno que está siendo recuperado en el enfriador final.

Aceite ligero en el gas.- Esta determinación indica la cantidad de aceite ligero que se recupera en los lavadores de gas que es donde se efectúa esta absorción.

Aparato.- Consiste en 2 tubos en U de porcelana los cuales contiene carbón activado que fijará el aceite ligero del gas.

Procedimiento.- Purgar la línea de gas y conectar mediante mangueras a un frasco lavador, a los tubos con carbón activado y al medidor de gas. Tomar las lecturas (temperatura, presión y volúmen de gas) y corregir a condiciones normales.

El carbón activado es vaciado en matraz de un litro, se agrega cresol y se destila hasta 180 °C (que es lo que destila el aceite ligero). Se separa el aceite ligero mediante adición de sosa al destilado en un embudo de separación y se mide el volúmen de aceite ligero (densidad a 15 °C = 0.889). Se calcula la cantidad de aceite ligero en g/M³. Finalmente el gas libre de los productos anteriores es analizado para conocer su composición el cual se efectúa mediante el aparato Orsat y en base de su análisis se calcula el poder calorífico.

Al análisis de este gas de coque se da a continuación:

% de CO_2 =	1.8
% de iluminantes =	2.1
% de O_2 =	0.2
% de CO =	6.2
% de H_2 =	60.7
% de CH_4 =	26.7
% de N_2 =	2.8
Poder calorífico =	5054 Kcal/M^3

- C O N C L U S I O N E S -

El producto principal obtenido en el proceso que es el coque, nunca tiene propiedades físicas iguales debido a que la composición de los carbones recibidos son también variables debido a que el grado de lavabilidad en ellos y su composición es diferente. Estas variaciones por ejemplo en el análisis químico del coque, no es normalmente muy grande (contenido decarbono entre 80 y 82%), y entre las propiedades físicas (pruebas Shatter y Tumbler) no son muy notorias. Variaciones grandes en esas propiedades se tienen cuando se ocurre en errores tales como dosificaciones altas en contenido de coque de petróleo principalmente con lo cual se obtiene coque muy quebradizo y alto en contenido de azufre (el contenido de azufre en el coque de petróleo es muy alto: 1.60 a 1.90 %).

Factor importante aparte de los antes mencionados es un buen control en la temperatura de los hornos la cual si es baja tiende a obtenerse un coque crudo o mala coquización del carbón con lo cual la descarga del producto obtenido se echa a perder. Si las temperaturas son demasiado altas hay tendencia a que la parte superior de los hornos se grafitice. Estos factores son los principales que deben controlarse en la producción de un buen coque metalúrgico, aunque debe tenerse en cuenta las operaciones de reducción de tamaño en carbones y coque (que normalmente se efectúan manualmente) mediante muestreadores adecuados. Esto vendría siendo algo secundario que influiría en ahorro de tiempo por obtención de muestra reducida en tamaño.

- B I B L I O G R A F I A -

1.- Blast Furnace, Coke Oven & Raw Materials Procedings. 95 - 102. 1961.

2.- Christopher and Byron, Modern Coking Practice. Vol I. 1-3, 12-13. 16-20. 1960.

3.- Gaseous Fuels, Coal and Coke, AS.T.M. Standards. 8-11, 16-40, 48-60, 64-67, 84-88, 99-106, 112-16, 318-19, 356-61, 394-98, 445-50. 1964.

4.- Wilson and Wells, Coal Coke and Chemicals. 1-5, 41, 45-50, 51, 54-55, 62-68, 74-88, 91-96, 142-48. 1950.

5.- Parr Calorimeter Bomb. 5-10, 12-28. 1964.

6.- Chemistry of Coal Utilization Vol.I. 446-47. 1469. 1962.

7.- Altieri. Gas Analysis and Testing Materials. 284, 387-88, 403. 1962.

8.- A.S.T.M. Standards on Benzene, Toluene, Xilene, sol-- vent Naphtha 408-12, 415-16. 1962.

9.- A.S.T.M. Standards on Bituminosis COnstruccional Mate- rial. 174-78, 246-50, 275-77, 290-95, 307-9, 410-15, 432-433, 441-53. 1961.

10.- Fisher Gas Analysis Manual. 4-5, 12-23. 1965.

11.- The Making Shaping Trating of Steel. 98-130. 1965.

12.- Información obtenida en el Laboratorio de la Planta de Coque, dependiente de Altos Hornos de México, S.A. Mon elova, Coah.

Impreso en
Impresiones "Aries"
Colombia 2, Altos 2,
Esq. Brasil
México 1, D.F.