REPÚBLICA DE CUBA
MINISTERIO DE EDUCACIÓN SUPERIOR
INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO
"Dr. ANTONIO NÚÑEZ JIMÉNEZ"
FACULTAD DE METALURGIA Y ELECTROMECÁNICA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA

REPRESENTATIVIDAD DE LAS MUESTRAS DE CONTROL PARA LA DETERMINACIÓN DEL AZUFRE Y CARBÓN EN LA MEZCLA ALIMENTADA A LA MÁQUINA DE SÍNTER

TRABAJO DE DIPLOMA EN OPCIÓN AL TÍTULO DE INGENIERO METALÚRGICO

AUTOR: Carlos Romero Tamayo

Moa
2012

REPÚBLICA DE CUBA
MINISTERIO DE EDUCACIÓN SUPERIOR
INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO
"Dr. ANTONIO NÚÑEZ JIMÉNEZ"
FACULTAD DE METALURGIA Y ELECTROMECÁNICA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA

REPRESENTATIVIDAD DE LAS MUESTRAS DE CONTROL PARA LA DETERMINACIÓN DEL AZUFRE Y CARBÓN EN LA MEZCLA ALIMENTADA A LA MÁQUINA DE SÍNTER

TRABAJO DE DIPLOMA EN OPCIÓN AL TÍTULO DE INGENIERO METALÚRGICO

AUTOR: Carlos Romero Tamayo

TUTORES:

Prof. Instructora. MSc. Ing Airen Garbey Frómeta

MSc. Ing Ismael Rondón Contrera

Moa
2012

PENSAMIENTO

"El mayor peligro para la mayoría de nosotros no es que nuestra meta sea demasiado alta y no la alcancemos, sino que sea demasiado baja y la consigamos".

Jorge Luis Borge

AGRADECIMIENTOS

A mis tutores, Ismael Rondón Contrera y Aíren Garbey Frómeta por su ayuda incondicional.
A todos aquellos que de una forma u otra me prestaron ayuda, a mis compañeros de trabajo y amigos.

DEDICATORIA

A mis hijos, y esposa que han sido mi inspiración, y me han apoyado.

A mi madre y hermanos, por su apoyo y confianza.

A Fidel y la Revolución cubana, por las posibilidades que me han ofrecido de realizarme como profesional.

RESUMEN

La investigación tiene como objetivo determinar la representatividad de las muestras de control S-3 y S-4, para la determinación del azufre y carbón en la mezcla alimentada a la máquina de sinterización y el sínter fino de retorno. El elemento rector de la representatividad del muestreo en estas muestras es el carbón, la frecuencia de muestreo es de 2 horas, la que quedó determinada por las desviaciones máximas del contenido de carbón a lo largo del turno, el tamaño de muestra inicial S-3 para la determinación de la composición química es de 6,68 kg y para S-4 8,52 kg, el que queda determinado por el tamaño máximo en las determinaciones de la granulometría, el tamaño inicial de las muestras es de no menos 12 kg para ambas.

En las condiciones prefijadas, se obtuvo el modelo estadístico – matemático, que se adecua al rango de los parámetros seleccionados para el proceso de sinterización, por lo que es posible dirigir las operaciones del proceso en función de los resultados analíticos del muestreo, para temperatura de combustión entre 1050 ºC y 1150 ºC, presión de vacío entre -1,8 kPa y -3,2 kPa y velocidad de desplazamiento entre 500 rpm y 800 rpm.

SUMMARY

The research aims to determine the representativeness of the control samples S-3 and S-4, for the determination of sulfur and carbon in the mixture fed to the machine sintering and sinter fine return. The guiding of the representativeness of sampling, in these samples is coal, the sampling rate is 2 hours, which was determined by the maximum deviations of the carbon content throughout the shift, the initial sample size of S-3, for determining the chemical composition of 6,68 kg and 8,52 kg S-4, which is determined by the maximum size of the particle size determinations, the initial size of the samples is not less 12 kg for both. In the preset conditions, was obtained the statistical model - mathematical, which fits the range of selected parameters for the sintering process, making it possible to direct the operations of the process, depending on the analytical results of sampling for temperature combustion between 1050 °C and 1150 °C, pressure between -1,8 kPa vacuum to -3,2 kPa and travel speed between 500 rpm and 800 rpm

Tabla de contenidos Pág.

INTRODUCCIÓN…… 1
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO DE LA INVESTIGACIÓN…….. 5
1.1. Descripción del proceso de sinterización del óxido de níquel…… 5
1.2. Ventajas y limitaciones del proceso de sinterización……..... 6
1.3. Aplicación industrial……..... 7
1.4. Tendencia en el mercado ……. 8
1.5. Etapas del proceso de sinterización……. 9
1.5.1. Etapa final de la sinterización. ……. 12
1.6. Influencia de los parámetros de operaciones durante los procesos de sinterización …….. 13
1.7. Teorías elementales del muestreo…….. 18
1.7.1. Técnicas de muestreo……. 18
1.7.2. Clasificación de los tipos de muestreo……. 19
1.7.2.1. Muestreo probabilístico ……... 19
1.7.2.2. Muestreo no probabilístico …….. 20
1.8. Investigaciones relacionadas con el muestreo…….. 21
1.9. Breve caracterización las muestras de control S-3 y S-4…… 24
Conclusiones del Capítulo …….. 26
CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS……... 27
2.1. Características de la materia prima (óxido de níquel, fino de retorno, carbón antracita) 27
2.1.1. Características del óxido de níquel. …… 27
2.1.2. Características del fino de retorno de la máquina de sinterización……. 28
2.1.3. Características del carbón antracita …… 28
2. 2. Materiales de partidas, reactivos y equipos a emplearse……. 29
2.2.1. Materiales y herramientas……..... 29
2.3. Parte experimental……. 30
2.4. Diseño de experimentos …… 30
2.5. Metodología de cálculos para los componentes de la mezcla …… 32
2.6. Instalación empleada en el proceso de investigación……... 33
2.7. Procedimientos experimentales…… 34
2.8. Metodología para la determinación de los parámetros de muestreo de la 35

muestra S-3 y S-4 ……..
2.9. Método de modelación estadística para el proceso de sinterización…… 40
2.10. Técnicas de análisis……... 44
Conclusiones del Capítulo……. 45
CAPÍTULO 3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS…… 46
3.1. Análisis para la determinación del método de muestreo empleados en la investigación. ……... 46
3.1.1. Composición granulométrica del flujo de mezcla de sínter con carbón S-3 y fino de retorno S-4……. 46
3.1.2. Cálculo de la masa mínima de las muestras S-3 y S-4 puntuales a tomar del flujo de mezcla de sínter con carbón de acuerdo a la clase de mayor tamaño. …….. 50
3.1.3. Comprobación del tamaño de muestra inicial según la productividad del flujo de mezcla de sínter S-3 y fino de retorno S-4, las características cinemáticas del dispositivo toma muestras ……. 51
3.1.4. Determinación del tamaño de muestra inicial para determinar la composición granulométrica del flujo de mezcla de sínter con carbón. 51
3.1.5. Determinación de la frecuencia del muestreo para S-3 y S-4……. 52
3.1.6. Comprobación de la frecuencia del muestreo considerando los límites admisibles de las oscilaciones del contenido de carbón…….. 53
3.1.7 Procedimiento de preparación de la muestra Inicial suficiente S-3 y S-4. 54
3.2. Análisis estadístico sobre los parámetros de operación de la máquina de sinterización. …….. 55
3.2.1 Análisis estadístico. ……. 56
3.3. Influencia de los parámetros en el proceso de sinterización. ……. 64
3.4. Análisis comparativo para las muestras de control S-3 y S-4…….. 67
3.5. Evaluación económica…… 76
Conclusiones del capítulo ……. 77
Conclusiones. ……. 78
Recomendaciones. ……. 79
BIBLIOGRAFÍA. …… 80

INTRODUCCIÓN

El orden económico mundial de hoy día exige de los países un incremento en la eficiencia de su economía con el objetivo esencial de elevar su nivel competitivo y con ello conquistar un espacio en el mercado mundial.

En Cuba la industria metalúrgica del níquel desempeña una ardua labor, debido a que sus objetivos se encaminan en elevar la productividad y la eficiencia, constituyendo estás la esencia fundamental de la economía.

Una de las plantas de la Industria Cubana del Níquel de gran importancia para la economía del país es la Empresa Ernesto Che Guevara con tecnología carbonato – amoniacal, esta se encuentra ubicada en la parte noreste de la Provincia de Holguín, constituyendo aproximadamente el 28 % de las reservas mundiales de níquel. En esta región se encuentran en explotación tres Industrias Metalúrgicas, de estas, dos con tecnología carbonato – amoniacal (Proceso Cáron) y una con tecnología ácida a presión, las cuales son empleadas solamente para la recuperación del níquel y parcialmente del cobalto.

El principal objetivo de esta empresa es el incremento de la producción de los productos del níquel más cobalto, quien trabaja en el perfeccionamiento del proceso tecnológico para lograr una mayor eficiencia técnico – económica de este importante renglón.

Para la realización de este trabajo se hace necesario introducir de forma acelerada nuevos métodos de estudio al proceso, que permitan una mayor confiabilidad en el control de las operaciones de la industria, y puedan poner a la misma en los niveles de producción necesarios con eficiencia, disminuyendo los costos por concepto de operaciones erróneas, con productos fuera de especificaciones a la hora de determinar los parámetros específicos del proceso.

La planta de Calcinación y Sínter es la encargada de obtener como producto final Sínter de Níquel con pequeños contenidos de cobalto, zinc, cobre y otros elementos que constituyen impurezas, para lograr el objetivo final se utiliza como materia prima el óxido de níquel, carbón antracita, finos de retorno y relleno, con lo cual se conforma la mezcla que se adiciona a la máquina de sinterización y producto de la combustión que se origina al introducir aire se obtiene el producto final.

En relación con esto crece el rol del control de los procesos tecnológicos y muestreo en la fábrica metalúrgica de níquel y de cobalto Empresa Comandante Ernesto Che Guevara, así como el control cuantitativo y cualitativo de las materias primas o semiproductos de partida de los distintos procesos metalúrgicos y de los productos obtenidos, ya que la información por ellos suministrada debe servir de partida para la implementación de la dirección operativa orientada a la calidad en los procesos hacia el logro del mejoramiento continuo del resultado con vistas a operar con la máxima eficiencia metalúrgica y económica y obtener productos de calidad aceptada en el mercado; tendencia que tiene la máxima repercusión en la planta de Calcinación y Sínter donde se obtienen los productos finales de la empresa.

En la presente investigación se analiza la posibilidad de determinar la representatividad de las muestras de control S-3 y S-4 para determinar el azufre y el carbón en la mezcla alimentada a la máquina de sínter y el sínter fino de retorno respectivamente, con lo que se lograría aumentar la eficiencia y mitigar los gastos económicos en el proceso.

Teniendo en cuenta los aspectos antes mencionados podemos señalar como **el problema** de la presente investigación: Insuficiente conocimiento de la representatividad de la muestra (S-3) mezcla alimentada a la máquina de sinterización y la (S-4) sínter fino proveniente de la máquina de sinterización.

El objeto de estudio de la investigación**:** proceso de sinterización.

El objetivo de la investigación consiste en determinar la representatividad de las muestras preventivas (S-3) mezcla alimentada a la máquina de sinterización y fino de retorno del proceso de sinterización (S-4).

Hipótesis: Si se determina la representatividad de las muestras (S-3), mezcla alimentada a la máquina de sinterización y fino de retorno del proceso de sinterización (S-4), entonces se podrá incrementar la eficiencia del proceso de sinterización.

Campo de acción está vinculada con la representatividad de las muestras preventivas alimentadas a la máquina de sinterización (S-3) y fino de retorno del proceso de sinterización (S-4).

Para dar solución al objetivo planteado se definen los siguientes **objetivos específicos**:

1- Determinar el modelo estadístico que caracterice el proceso de sinterización según los parámetros estudiados.
2- Determinar los parámetros de muestreo para las condiciones de operaciones a las muestras de control S-3 y S-4.
3- Comparar los datos obtenidos en el tiempo de operación del muestreo con los resultados conseguido por la norma actual de muestreo para la S-3 y S-4.

Tareas del trabajo

1- Establecimiento del estado del arte y sistematización de los conocimientos y teorías relacionadas con el objeto de estudio.
2- Planificación del diseño experimental de la tesis y fundamentación de los métodos científico utilizado.
3- Elaboración de una estrategia para la realización de los análisis químicos por la vía de réplicas para obtener resultados confiables.
4- Preparación y realización de los experimentos del trabajo.
5- Obtención del modelo estadístico que caracteriza el proceso de sinterización.
4- Análisis de los resultados y comprobación de la hipótesis planteada.

Los aportes que se esperan obtener en el trabajo

1- Correlación de las variables que determinan el contenido de azufre y carbón en las muestras S-3 y S-4.
2- Ajustes de los parámetros que permiten controlar las operaciones de sinterización, optimizando la eficiencia y lográndose un incremento de la producción y disminución de los costos de producción.

En lo social y económico

- Lograr un proceso tecnológico que con ayuda del muestreo se puedan corregir las desviaciones tecnológicas, fortalecer la calidad de los productos y lograr una alta productividad en el proceso de sinterización en la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara.

Aporte metodológico

- La utilización de los métodos de investigación empleados como referencia bibliográfica.
- Nuevos conocimientos sobre la influencia de los parámetros de operaciones del proceso de sinterización con la previa determinación del muestreo tecnológico.

Los resultados esperados al concluir el trabajo son los siguientes:

1- Correlación de las variables que determinan el contenido de azufre y carbón en las muestras de control S-3 y S-4.
2- Ajustes de los parámetros, que permiten controlar las operaciones de sinterización, optimizando la eficiencia, lográndose un incremento de la producción y disminución de los costos de producción.
3- Empleo de técnicas de muestreo que permitan ajustar los sistemas tecnológicos vinculados directamente a la producción.

CAPÍTULO 1. FUNDAMENTO TEÓRICO DEL PROCESO DE SINTERIZACIÓN

En este capítulo se realiza un análisis bibliográfico de los principales trabajos relacionados con el proceso de sinterización y su incidencia en el muestreo preventivo, con el objetivo de realizar una valoración crítica de los mismos y establecer los puntos comunes con la presente investigación.

1.1. Descripción del proceso de sinterización del óxido de níquel

Es un proceso pirometalúrgico que tiene lugar en la máquina de sinterizar (aglomeración) por el método de succión o soplado, donde se obtiene un óxido de níquel con una alta concentración de níquel metálico.

La esencia de la sinterización consiste en que el óxido de níquel se mezcla con el material fino de retorno (óxido de níquel sinterizado de fracción -10 mm a 0) con combustible sólido (carbón antracita) bajo un humedecimiento, produciéndose una buena homogeneización. Como resultado del mezclado el material adquiere una estructura en forma de gránulos la cual permite la penetrabilidad del gas para llevar a cabo el proceso de sinterización en una capa de 180 mm a 200 mm.

La mezcla para la sinterización una vez que ha sido homogeneizada es suministrada a las paletas de la máquina cuando esta se encuentra debajo del horno encendedor. En este momento debido al oxígeno succionado de la atmósfera y a los gases calientes producto de la combustión del diesel en el horno encendedor, el carbón antracita se inflama y al desplazarse ulteriormente, las paletas hacia la cola de la máquina sobre la cámara de vacío, el carbón antracita (combustible) continúa quemándose debido a que al mismo tiempo se hace un vacío en la zona de sinterización entre (2,5 a 14) kpa. Gracias a esto, es que se succiona el aire pasando este a través de la cama de mezcla, oxidando al carbón antracita intensamente y desarrollando una alta temperatura hasta 1200ºC la cual provoca una fusión parcial

de óxido de níquel y otros componentes aglutinándose toda esta masa de material, formando una masa porosa en forma de terrones. El material sinterizado se tritura hasta la granulometría requerida. El material con granulometría menor de 10 mm retorna al proceso de sinterización. Una de las peculiaridades que hace diferenciarse al proceso de sinterización, es que el aire succionado a través de la capa de material (mezcla) realiza dos funciones importantes al mismo tiempo, que son: servir como fuente proveedora de oxígeno necesario para la combustión y como agente transportador de calor desde la zona de quemado hacia las capas inferiores con material húmedo. Este tipo de regeneración del calor hace que el proceso de sinterización sea económico, permitiendo llevar a cabo la elaboración del material a tan alta temperatura con un gasto de combustible relativamente bajo o con poca pérdidas de calor poco notable o fundamentalmente el rol que desempeña el aire hace que la productividad del proceso de sinterización sea linealmente dependiente de la cantidad de aire succionado a través de las capas de la cama de material (mezcla).

Otras investigaciones relacionadas con el tema de la sinterización (Bris, 2006; Kurmar, 2003) definieron al proceso de sinterización como: la etapa en la cual el compacto en verde se transforma en una estructura de alta resistencia. El proceso consiste en calentar el compacto a una temperatura en la que las partículas se suelden unas a otras por difusión formando los denominados cuellos. Por consiguiente, la sinterización produce cambios en la microestructura del material en términos de la distribución de los elementos aleantes y de la morfológica de la porosidad residual (tamaño, forma y distribución de los poros).

1.2. Ventajas y limitaciones del proceso de sinterización

Bris (2006), realiza estudios sobre las ventajas y limitaciones de los procesos de sinterización. La habilidad del sinterizado para combinar aleaciones difíciles o imposibles de obtener mediante la metalurgia convencional, ha posibilitado la producción de gran cantidad de materiales con diversas propiedades. Esta característica es especialmente útil cuando los componentes tienen:

• Grandes diferencias en su punto de fusión.

• Solubilidad mutua limitada en estado líquido.

• Densidades muy diferentes.

• Susceptibilidad de ser atacado por el metal líquido, particularmente si alguno de ellos es un constituyente refractario en estado sólido.

Por otra parte, la capacidad de controlar la porosidad representa una gran ventaja en aplicaciones como filtros, diafragmas o fieltros (Schatt & Wieters, 1997). Así mismo, en aplicaciones que requieren lubricación en ambientes hostiles. Los procesos involucrados son fácilmente automatizables, siendo la producción en serie más ventajosa. Dado que la forma del producto final se establece durante el compactado inicial, el desecho de material durante el proceso no es mínimo.

Otras consideraciones acerca de los procesos de sinterización desde el punto de vista tecnológico presentan como ventajas una rápida velocidad de reacción, con una alta producción, son ideales para tratar materias primas heterogéneas y complejas. Como desventaja, tiene poca selectividad, a menudo se deben repetir las etapas de obtención, produce gran contaminación ambiental debido a los residuos gaseosos como el SO_2, así como una elevada cantidad de energía.

1.3. Aplicación industrial

El proceso de sinterización ofrece la posibilidad de procesar gran cantidad de materiales, con características heterogéneas; con altas concentraciones de finezas, también aplicables para metales no ferrosos y semiproductos, algunos de los cuales se mencionan a continuación:

Materiales compuestos que consisten en dos o más metales insolubles en estado líquido o mezclas de metales con sustancias no metálicas como óxidos y otros metales refractarios.

1.4. Tendencia en el mercado

Durante el año 2011, el precio promedio del níquel en el mercado internacional alcanzó un valor de US$22,890.5 (INSG, 2011) la tonelada métrica (tm), equivalente a un incremento de 5,0% con relación al precio promedio del año 2010.

El metal experimentó un auge en el nivel de precios desde inicios del año 2011, tendencia iniciada desde los meses finales del año 2010, alcanzando un precio máximo de US$29,028/tm, en fecha 21 de febrero 2011. Sin embargo, desde mediados de mayo 2011, el níquel registró una desaceleración en sus precios; este comportamiento continuó hasta finales del 2011.

Así, para el 30 de diciembre, el valor del níquel cotizado en la Bolsa de Metales de Londres (London Metal Exchange –LME–) fue de sólo US$18,278/tm y su promedio durante ese mes alcanzó los US$18148,9/tm. Cabe indicar, que en el año 2011 el precio mínimo de cotización internacional del níquel en la Bolsa de Metales de Londres fue de US$16,978 /tm, registrado el 29 de noviembre.

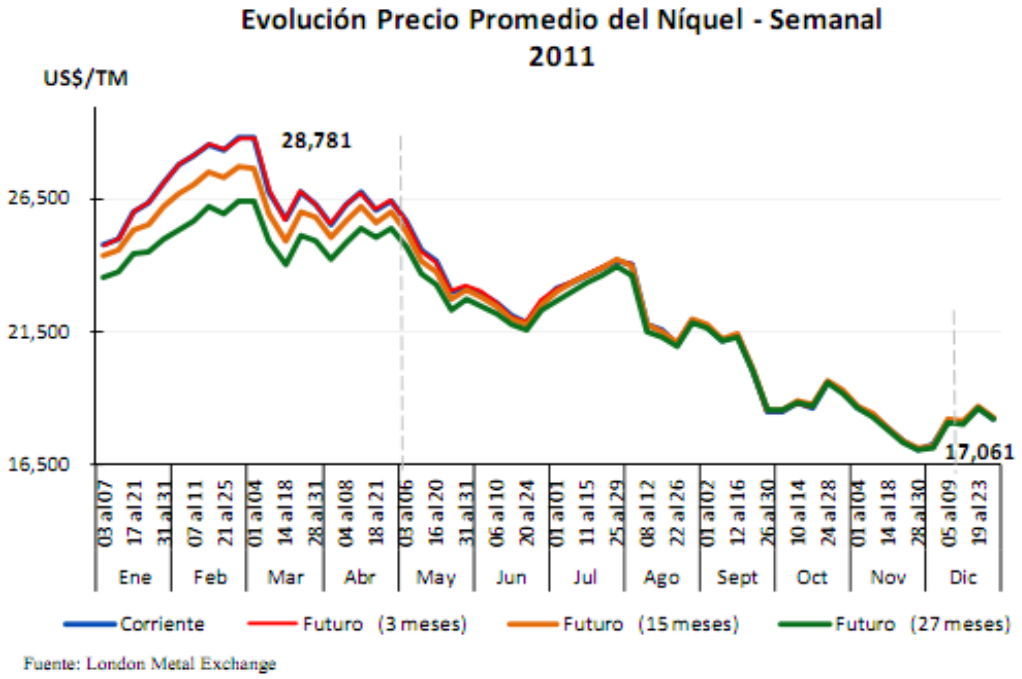

Figura 1.1. Evolución precio promedio del níquel semanal

Como se muestra en la figura 1.1 el níquel ha sido el segundo metal con peor rendimiento en los últimos 6 meses del año 2011; por debajo de los altos niveles de febrero cuando alcanzó los US$ 29,000/tm, su precio cayó a US$ 18,148/tm. Las principales razones detrás de la caída del precio es el superávit de 12,000 toneladas de níquel y el uso del arrabio de níquel (NPI por sus siglas en ingles) por los productores de acero inoxidable chinos.

No obstante, con el precio del níquel actualmente por debajo del precio del NPI, informes indican que los molinos de acero chinos están comprando de nuevo níquel. El futuro precario del precio del níquel es dependiente en su relación con el precio del NPI. Si bien es cierto que el período de recuperación del precio del níquel pueda extenderse, muchos analistas se muestran optimistas sobre su tendencia a un alza para el año 2012.

1.5. Etapas del proceso de sinterización

Varios investigadores del tema (Ballester, 1987; González, 1987) han llegado a las conclusiones de que el proceso de sinterización está compuesto por tres etapas fundamentales:

1- Etapa inicial o de crecimiento, se produce un crecimiento de todos los granos bajo la influencia de exceso de tensión dependiendo del tiempo. En esta etapa las partículas de polvo permanecen individualizadas, pues todavía no tienen como tal, un crecimiento marcado de grano de lo que es la partícula original. Los esfuerzos resultantes de la tensión superficial mantienen los límites del grano entre dos partículas adyacentes en el plano de contacto. Sin embargo, es posible la formación ocasional de nuevos granos.

2- Etapa de densificación y crecimiento del grano, según la figura 1.2, cuando la relación x/a excede de un cierto valor después de haberse intensificado en contacto entre granos, las partículas separadas comienzan a perder su identidad. La mayoría de la contracción total del sólido tiene lugar durante esta etapa, formándose una maya coherente de poros y continuando el crecimiento del grano.

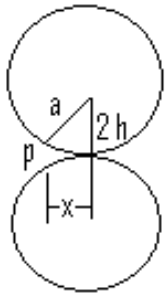

Figura 1.2. Geometría del contacto entre dos partículas sinterizadas

3- Etapa final con poros cerrados, los poros aislados conforme al paso del tiempo se van esferorizando, aunque posteriormente continúa una densificación muy lenta.

Muy a menudo, por ejemplo a temperaturas bajas, solo se alcanza el primer estado. Bajo condiciones normales de sinterización, es donde ocurre una enmarcada densificación, hay que considerar que por lo menos ocurren las dos primeras etapas. Tan pronto como se calientan las fases de los mecanismos de sinterización se ponen en marcha y es difícil identificar la primera etapa.

Basado en un eficiente proceso de sinterización para la investigación (Rondon, 2011) logró establecer las condiciones óptimas para el proceso de sinterización, aunque no realizó modelación matemática que simulara el proceso a escala industrial, como elemento significante concluyó que bajo las condiciones actuales el proceso en muchas ocasiones, no se pueden definir las dos últimas etapas de sinterización por deficiencia en la distribución granulométrica en la mezcla, situación esta que afecta el rendimiento, productividad y eficiencia de la máquina de sinterización.

También, Mackenzie & Shuttleworth definieron para el proceso de sinterización de vidrios y cerámicas dos etapas para la cinética donde consideran dos partículas inicialmente en contacto (Figura 1.3), se establece entre el poro de radio (ρ) y la superficie de la partícula una diferencia de presión, que causa un flujo viscoso de material desde la superficie de la partícula a la superficie del cuello.

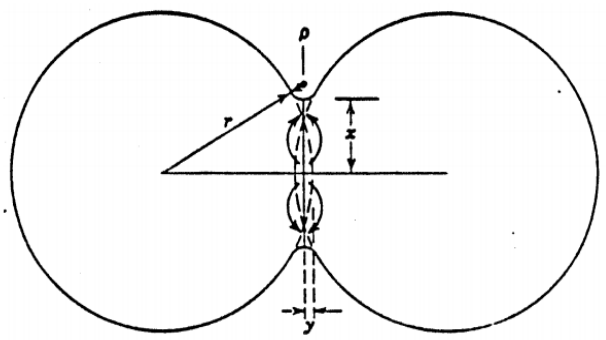

Figura 1.3. Modelo para el proceso de sinterización

Dos esferas de radio r han sinterizado para formar una superficie de contacto de radio x. En la interfase aparece una superficie lenticular de radio r y los centros de las esferas se han aproximado una distancia y mediante un análisis similar al utilizado en el proceso de difusión, la velocidad inicial de crecimiento del cuello viene dada por:

$$\frac{x}{r} = \left(\frac{3\sigma}{2\eta\rho}\right)^{1/2} t^{1/2} \qquad \text{E-1}$$

Expresión que nos indica que el aumento del diámetro de contacto es proporcional a la raíz cuadrada del tiempo, t ½ y, por tanto, el aumento en el área entre las partículas es directamente proporcional al tiempo. Los factores de mayor importancia que determinan la velocidad de este proceso son: la tensión superficial (σ), la viscosidad (η) y el radio de partícula (r). La contracción que tiene lugar se determina por la aproximación entre los centros de las partículas a través de la siguiente ecuación:

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{3\Delta L}{L_0} = \frac{9\sigma}{4\eta r} t \qquad \text{E-2}$$

De la ecuación (E-2) se observa que la velocidad inicial de contracción es directamente proporcional a la tensión superficial (σ), e inversamente proporcional a la viscosidad (η) y al tamaño de partícula (r).

1.5.1. Etapa final de la sinterización

La situación en este estado de la sinterización se puede representar como un conjunto de pequeños poros esféricos en el interior de la pieza (Figura 1.4) con una presión 2σ/r , equivalente a una igual y positiva en el exterior de la pieza que tiende a reducir la porosidad y compactar más la pieza.

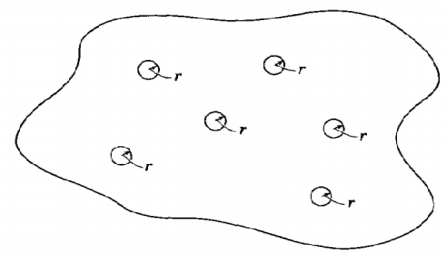

Figura 1.4. Bloque compacto con poros esféricos aislados al final del proceso de sinterización

Mackenzie & Shuttleworth han deducido una expresión analítica para la velocidad de sinterización en esta etapa del proceso, considerando que todos los poros son esféricos y de igual tamaño. La expresión que resulta es:

$$\frac{d\rho}{dt} = \frac{2}{3}\left(\frac{4\pi}{3}\right)^{1/3} n^{1/3} \frac{\sigma}{n}\left(1-\rho'\right)^{1/3} \rho^{1/3} \quad \text{E-3}$$

ρ' - Densidad relativa (densidad aparente dividida por densidad verdadera o fracción de la densidad verdadera que se ha alcanzado).

n - Número de poros por unidad de volumen.

Si se tiene en cuenta que el número de poros se puede relacionar con el tamaño de estos y con la densidad relativa, se obtienen las siguientes relaciones:

$$n\frac{4}{3}\pi r^3 = \frac{Volumen\,de\,poros}{Volumen\,de\,poros} = \frac{1-\rho'}{\rho'} \quad \text{E-4}$$

$$n^{1/3} = \left(\frac{1-\rho'}{\rho'}\right)^{1/3}\left(\frac{3}{4\pi}\right)^{1/3}\frac{1}{r} \quad \text{E-5}$$

Combinando las expresiones (E-4) y (E-5) con la (E-3), se obtiene:

$$\frac{d\rho'}{dt} = \frac{3\sigma}{2r_o\eta}(1-\rho') \quad \text{E-6}$$

en la que r_0 es el radio inicial de las partículas.

Expresión simplificada que nos determina la velocidad de aumento de la densidad aparente de la pieza y que nos permite estimar el tiempo necesario para la completa densificación (ρ´ = 1), que resulta ser:

$$t_{seg} \approx \frac{1.5 r_o \eta}{\sigma} \qquad \text{E-7}$$

1.6. Influencia de los parámetros de operaciones durante los procesos de sinterización

Bonagra. (2001), durante el desarrollo de la investigación para mejorar la sinterización de polvos de óxidos de manganeso concluyó, que es la influencia de los diferentes parámetros del procesamiento del polvo tendentes a su densificación durante la sinterización. De estos resultados se observa que la densidad en verde para una temperatura de calcinación constante, produce uno de los mayores efectos sobre la densidad final. Sin embargo, debe notarse que los compactos producidos con polvo calcinado a temperaturas relativamente altas (1150 y 1200 ºC) tienden a densificar menos, a pesar de que poseen una densidad en verde mayor. Este resultado destaca claramente la mayor actividad del polvo que contiene aglomerados más pequeños (temperaturas bajas de calcinación) produciendo una mayor sínterabilidad. Esta observación coincide con los resultados expuestos por Murria (2000) en los que para temperaturas altas de calcinación los aglomerados más grandes producen mejores configuraciones de empaquetamiento (consecuentemente mayores densidades en verde) y así producirán al mismo tiempo durante la compactación, poros de mayor tamaño implicando así una menor fuerza impulsora para llevar a efecto la sinterización, produciendo consecuentemente una densidad final menor. Sin embargo, no concluye con un modelo matemático o termodinámico que permita realizar simulación para este tipo de eventualidad.

Por otra parte el proceso de sinterización para el óxido de níquel debe cumplir con parámetros necesarios que garanticen un óptimo material que cumpla con las exigencias técnicas, productivas y de calidad (Peña, 2007; Sam, 2007; Majendie, 2007; Labori, 2007) concluyeron que la calidad del óxido de níquel es una da las

variables de mayor incidencia en el comportamiento de la baja calidad del producto final, óxido de níquel sinterizado.

Otros estudios (Manual de Operaciones) han concluido que el parámetro principal que caracteriza la productividad del proceso de sinterización es la velocidad vertical de sinterización. Ella muestra con que velocidad se mueven las zonas de crecimiento del grano y densificación en las capas del material que se está sinterizando y se calcula por la fórmula:

$$V = \frac{h}{t} \qquad \text{E-8.}$$

Donde:

h - Altura de la cama de mezcla; mm.

t - Duración de la sinterización desde el momento de encendido de la mezcla hasta el momento de alcanzar la zona de sinterización, min.

v - Velocidad vertical de sinterización, mm/min.

Lo que indica que la velocidad de desplazamiento de la máquina debe estar estrictamente en correspondencia con la velocidad vertical de sinterización de acuerdo a la ecuación (E-8).

Cuando se tiene un exceso de velocidad en la máquina de sinterización, parte del material se queda sin aglomerar (sinterizar). Esto trae como consecuencia un aumento del retorno de fino; si la velocidad de las paletas de la máquina de sínter es insuficiente trae como consecuencia la disminución de la productividad de la máquina; en el caso de que el contenido de combustible sea superior al óptimo, trae como consecuencia que ocurra una metalización mayor, adhiriéndose a los barrotes de los carros del sínter, también se contamina el producto final (sínter) con carbón antracita debido a la existencia de este en exceso y no ser quemado totalmente.

La composición granulométrica del combustible (carbón antracita) es un factor que influye grandemente en el proceso de sinterización. En la práctica ha sido demostrado que el carbón antracita debe tener una granulometría entre 1 a 3 mm y que las fracciones entre 0 a 1 mm no debe superar al 10%.

La disminución de la granulometría del carbón trae consigo un aumento de la superficie de contacto, pero a la vez disminuye la permeabilidad de las capas, actuando de esta forma negativamente en el proceso de sinterización; ya que la mezcla no quema bien debido a que la penetrabilidad del gas disminuye trayendo como resultado una disminución de la calidad del sínter y un aumento del material de retorno.

Algunos autores (Peña, 2007; Sam, 2007; Majendie, 2007; Labori, 2007) plantean que el hecho es que el carbón al estar en forma de polvo en su mayoría se quema tan rápido que el calor desprendido no es lo suficiente para alcanzar la temperatura necesaria para la producción de un sínter de calidad.

Respecto a lo anteriormente planteado, el sínter que se obtiene disminuye su calidad y a la vez queda el producto final óxido de níquel sinterizado contaminado con carbón antracita, siendo uno de los parámetros fundamentales que mide la calidad del producto, por lo que se hace necesario la separación de las fracciones finas del combustible, pero a su vez crea un problema que es la utilización de las fracciones finas de este combustible.

La velocidad vertical de sinterización es directamente proporcional a la velocidad del aire que se succiona a través de la cama de material. Esta dependencia se puede representar por la ecuación siguiente:

$$V_{mat} = a \cdot W \qquad \text{E-9}$$

Donde:

w - Velocidad de filtración del aire a través de las capas de material; m/s

a - Coeficiente de proporcionalidad

Esto implica que la productividad del proceso de sinterización depende de la velocidad de filtración del aire a través de las capas de material y esta depende de la permeabilidad de las capas de material. La velocidad de filtración de los gases a través de materiales porosos se determina por la siguiente fórmula;

$$W = \frac{2\Delta P \cdot d \cdot m^3}{E \cdot h \cdot \gamma (1 - m)} \qquad \text{E-10}$$

Donde:

ΔP - Caída de presión en la capa, kPa

E - Coeficiente que considera la resistencia por fricción y la forma de las partículas.

h - Altura de la capa; m.

d - Diámetro promedio de las partículas en la cama formada por la mezcla; m.

γ - Densidad del gas; kg/m^3.

m - Permeabilidad de la capa, magnitud que muestra qué el volumen (V) está ocupado por el vapor (VcB).

En virtud de la complejidad y las disparidades de procesos que ocurren durante la sinterización; no existe una teoría que permita determinar la productividad del proceso de sinterización a través del cálculo partiendo desde el punto de vista de las propiedades físico-químicas del material.

Como hemos señalado anteriormente la tarea fundamental del proceso de sinterización es la homogenización y peletización del material (mezcla) para su posterior procesamiento pirometalúrgico.

En otros trabajos realizados por Lim, & Wong, sobre el proceso de vitrificación y sinterización en presencia de una fase líquida viscosa, consideraron que se requiere una velocidad de densificación del sistema bastante alta de modo que la vitrificación se complete dentro de un tiempo razonable (menos de unas pocas horas), así como una alta proporción de velocidad de densificación con respecto a la velocidad de deformación de modo que la densificación se produzca sin la deformación significativa de la pieza. Estas exigencias determinan, en gran medida, la temperatura de cocción y la composición de la mezcla en polvo que controla la viscosidad de la fase líquida.

Los modelos para la sinterización viscosa de un vidrio predicen que la velocidad densificación depende de tres variables principales:

- La tensión superficial; γsv.
- La viscosidad del vidrio; η.
- El radio de poro; r.

Asumiendo que el radio del poro r es proporcional al radio de partícula a, entonces la dependencia de la velocidad de densificación con esos parámetros puede escribirse como:

$$\rho = \frac{\gamma s v}{\eta a} \qquad \text{E- 11}$$

En muchos sistemas de silicato, la tensión superficial de la fase vítrea no cambia considerablemente con la composición y el cambio de la tensión superficial dentro del limitado rango de temperaturas de cocción también es pequeño. Por otra parte, el tamaño de partícula tiene un efecto significativo y la velocidad de densificación aumenta inversamente con el tamaño de partícula. Sin embargo, la variable más importante es la viscosidad. La dependencia de la viscosidad de un vidrio con la temperatura puede describirse mediante la ecuación de Vogel-Fulcher:

$$\eta = n_0^{e^{\frac{c}{T - T_0}}} \qquad \text{E- 12}$$

Donde (T) es la temperatura absoluta y (c y a) son constantes. Esta dependencia es muy fuerte, por ejemplo, la viscosidad de un vidrio sódico-cálcico puede disminuir típicamente en un factor de 1000, para un aumento de la temperatura de solo -100 °C. La viscosidad del vidrio también cambia considerablemente con la composición. Por lo tanto, la velocidad de densificación puede aumentar considerablemente cambiando la composición, aumentando la temperatura o alguna combinación de ellas para reducir la viscosidad. Sin embargo, la presencia de un volumen grande de fase líquida durante la vitrificación significa que, si la viscosidad es demasiado baja, la muestra se deformará fácilmente bajo la fuerza de gravedad. Así la velocidad de densificación en relación con la velocidad de deformación también debe ser considerada. Si la proporción de velocidad densificación con relación a la velocidad de deformación es grande, se logrará la densificación sin que la deformación sea significativa.

1.7. Teorías elementales del muestreo

Según Arly & Jacobs (1993), el razonamiento inductivo es parte esencial del enfoque científico, pues requiere hacer observaciones y sacar conclusiones de ellas. Si pueden observarse todos los casos de una población, es factible sacar conclusiones seguras acerca de ella a partir de las observaciones (inducción perfecta). Por otra parte, si solo se observan algunos casos, lo único que puede hacerse es inferir que esas observaciones serán válidas acerca de la población total (inducción imperfecta). La teoría del muestreo estudia la relación entre una población y las muestras tomadas. Es de gran utilidad en muchos campos. Por ejemplo, para estimar las magnitudes desconocidas de una población, tales como media y varianza, llamadas a menudo parámetros de la población, a partir del conocimiento de esas magnitudes medidas sobre las muestras, que se llaman estadísticos de la muestra.

1.7.1. Técnicas de muestreo

Como se mencionó, para que las muestras sean válidas para una población, la muestra debe haberse seleccionado de forma que sea representativa de la población a la que se pretende aplicar el muestreo. Sin embargo, no existe un método de muestreo que garantice plenamente que una muestra sea representativa de la población que sometemos a estudio.

La mejor forma de asegurar la validez de las inferencias es seleccionar la muestra mediante una técnica aleatoria. A este tipo de muestreo se le denomina muestreo probabilístico y puede definirse como aquel en que todos los individuos de la población tienen una probabilidad de entrar a formar parte de la muestra (normalmente equiprobable, es decir, con la misma probabilidad). Los diseños en que interviene al azar producen muestras representativas la mayoría de las veces, aunque no garantizan la representatividad de la población que sometemos a estudio. Aunque en muchos estudios no es posible obtenerla rigurosamente de esta forma, es importante seleccionarla intentando que sea lo más parecida posible a la población de interés. En este caso, el muestreo no probabilístico utiliza métodos en que no interviene al azar y por lo tanto, se desconoce la probabilidad asociada a cada individuo para formar parte de la muestra. Normalmente estos métodos se

utilizan en estudios exploratorios o intencionales, en los cuales no es necesario proyectar los resultados. El inconveniente de este método es que no puede asegurarse la representatividad de la muestra.

1.7.2. Clasificación de los tipos de muestreo

1.7.2.1. Muestreo probabilístico

En investigaciones realizadas (Canal, 2006) definió como muestreo probabilístico el que todos los individuos de la población a estudiar tienen una probabilidad conocida asociada al hecho de entrar en el estudio. Entre los métodos de muestreo probabilístico más utilizados en investigación encontramos los siguientes: Muestreo aleatorio simple, estratificado, sistemático y muestreo en etapas múltiples. A continuación se describen las características de cada uno de los sistemas de muestreo.

- Muestreo aleatorio simple: se caracteriza porque cada elemento de la población tiene la misma probabilidad de ser escogido para formar parte de la muestra. Una vez censado el marco de la población, se asigna un número a cada individuo o elemento y se elige aleatoriamente. Este tipo de muestreo se caracteriza por su simplicidad y fácil comprensión, aunque también posee algunas limitaciones, ya que no siempre es posible disponer con un listado de todos los individuos que componen la población, generalmente cuando son poblaciones grandes. Si se seleccionan muestras pequeñas
- Muestreo estratificado: en este tipo de muestreo la población de estudio se divide en subgrupos o estratos, escogiendo posteriormente una muestra al azar de cada estrato. Esta división suele realizarse según una característica que pueda influir sobre los resultados del estudio
- Muestreo sistemático: el muestreo sistemático es muy similar al muestreo aleatorio simple. La diferencia se obtiene en que en este tipo de muestreo se divide el total de la población de estudio entre el tamaño de la muestra, obteniendo una constante de muestreo (k). La primera unidad que formará parte de la muestra debe estar entre 1 y (k) y se elige al azar; a partir de esta unidad se van seleccionando sistemáticamente uno de los (k) individuos siguiendo un orden determinado. Es un

método de muestreo muy sencillo de realizar y que cuando la población está ordenada siguiendo una tendencia conocida, asegura una cobertura de unidades de todos los tipos. La principal limitación es que si la constante se asocia al fenómeno de interés puede cometerse un sesgo.

- Muestreo en etapas múltiples: consiste en empezar a muestrear por algo que no constituye el objeto de la investigación (unidades primarias), y obtener una muestra dentro de cada una de ellas (unidades secundarias). Pueden utilizarse sucesivamente tantas etapas como sean necesarias, y en cada una de ellas, una técnica de muestreo diferente. Este método de muestreo se utiliza cuando la población de referencia es muy amplia y dispersa, ya que facilita la realización del estudio. Principalmente, el muestreo en etapas múltiples se utiliza en estudios multicéntricos, donde debemos elegir primero los hospitales y después de haberlos seleccionado, realizamos el muestreo de pacientes dentro del mismo.

1.7.2.2. Muestreo no probabilístico

Los procedimientos no probabilísticos son aquellos en los que no conocemos la probabilidad de que un elemento de la población pase a formar parte de la muestra ya que la selección de los elementos muestrales dependen en gran medida del criterio o juicio del investigador. La muestra, en este caso, se selecciona mediante procedimientos no aleatorios.

-Muestreo de conveniencia: el investigador decide qué individuos de la población pasan a formar parte de la muestra en función de la disponibilidad de los mismos.

-Muestreo discrecional: la selección de los individuos de la muestra es realizada por un experto que indica al investigador qué individuos de la población son los que más pueden contribuir al estudio. Este muestreo es adecuado si dentro de la población que queremos estudiar, existen individuos que no queremos que se nos escapen por utilizar un método totalmente aleatorio o de conveniencia.

-Muestreo por cuotas: si se conocen las características de la población a estudiar, se elegirán los individuos respetando siempre ciertas cuotas por edad, género, zona de residencia, entre otras que habrán sido prefijadas.

1.8. Investigaciones relacionadas con el muestreo

Según Arly & Jacobs (1993), técnicamente el tamaño de muestra depende de la precisión con que el investigador desea estimar el parámetro de la población a un nivel particular de confianza. No hay ninguna regla sencilla con la cual determinar esa dimensión. La estimación del tamaño requerido se obtiene con una operación algebraica si se definen con exactitud la varianza de la población, la inferencia esperada y las probabilidades deseadas de un error tipo I y tipo II.

Por otra parte Spiegel (1990), realiza un estudio de la distribución de muestreo estadísticos para pequeñas muestras (N<30) se llama teoría de pequeñas muestras. Sin embargo, un nombre más apropiado sería teoría exacta del muestreo, pues sus resultados son validos tanto para pequeñas muestras como para grandes.

Pulido (1997), plantea que un histograma es una gráfica de barras que permite describir el comportamiento de un conjunto de datos en cuanto a su tendencia central, forma y dispersión. El histograma permite que de un vistazo, se pueda tener una idea objetiva sobre la calidad de un producto, el desempeño de un proceso o el impacto de una acción de mejora. La correcta utilización del histograma permite tomar decisiones no solo con base en la media, sino también con base en la dispersión y formas especiales de comportamiento de datos. Su uso cotidiano facilita el entendimiento de la variabilidad y favorece la cultura de los datos y los objetivos.

El control del los procesos en gran medida depende una parte de la conformación analítica y la otra de la tecnología dirigida a la medida por el comportamiento e identificación de las distintas muestras, Perry (1992). Concluyó que por lo general el control de procesos que incluye el tratamiento de sólidos requiere medios para el muestreo y análisis de estos en varios puntos de la operación. A diferencia de los líquidos, los sólidos no son homogéneos. La composición de las partículas individuales varía con el diámetro y la densidad de la partícula. En consecuencia, se deben tomar las medidas necesarias para extraer una muestra representativa de toda la mezcla de sólidos en el punto de interés del proceso. Si los sólidos no se muestrean de manera representativa, el control del producto y del proceso no será confiable. Las muestras tomadas y el empleo de los cortadores que no toman una porción uniforme de la corriente llevan resultados no representativos.

Existen varias razones para la segregación de los sólidos, tanto por tamaño como por gravedad, dentro de un sistema de manejo de sólidos. La vibración como, por ejemplo, la que puede ocurrir en las bandas y transportadores es una causa de variación en la composición de la muestra. La segregación también puede ocurrir cuando los sólidos granulares se apilan o se almacenan en silos. Por consiguiente, la mejor técnica consiste en desplazar el cortador de muestras con una velocidad uniforme, a través de toda la corriente, mientras esta se encuentra en un estado de caída libre. La dirección del movimiento del cortador debe ser en ángulos rectos respecto a la dirección de flujo de la corriente.

En el año 1997, Fernández y colaboradores desarrollaron un trabajo el cual tuvo como objetivo elaborar el procedimiento de muestreo para lotes de óxido de níquel sinterizado envasado de la Empresa Comandante Ernesto Guevara y concluyó que el diseño de un método de muestreo requiere conocer el comportamiento granulométrico del producto, el tamaño máximo de partículas, la distribución de las características fundamentales de las distintas fracciones granulométricas que lo componen, el grado de variabilidad del producto entre otros parámetros, incluyendo la detección de la existencia de error sistemático y la precisión del método de muestreo actualmente en ejecución.

El estudio del comportamiento histórico de la composición granulométrica del óxido de níquel sinterizado, realizado a partir de los análisis de los controles estadísticos del producto final existente en la Empresa en un período seleccionado comprendido entre 2005 y 2006 permitió conocer el contenido de los diferentes tamaños de partículas presentes en el producto e identificar la de 40 mm como la de mayor tamaño. La existencia de las normas de determinación de la composición granulométrica y de especificaciones del producto que fueron objeto de comprobación y permitieron profundizar en la caracterización del óxido de níquel producido, resultando la ejecución de cambios tecnológicos en la planta de sínter y la propuesta de modificación de la norma de especificaciones.

Otra variante estudiada para el muestreo de sólidos CEDINIQ, (2012) específicamente para el producto final óxido de níquel polvo químico, donde se establecieron los procedimientos generales de muestreo a seguir, métodos de

preparación de las muestras, fórmulas y tablas para determinar los parámetros de muestreo (masa mínima, número de incrementos, frecuencia de muestreo), así como la metodología para el procesamiento de los datos obtenidos, se localizaron diseños de los principales muestreadores automáticos aplicados a minerales a granel y pulpas y de posible uso en las industrias cubanas del níquel.

Bernal, (2006), abordó la problemática de la representatividad de la muestra SM-2 (Mineral húmedo enviado al proceso tecnológico), proponiendo una nueva metodología que establece el método de muestreo y de preparación de la muestra de laboratorio a partir del mineral húmedo que se envía a la Planta de Preparación de Mineral de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara y su chequeo con los resultados de la muestra HR-1 (mineral alimentado a Hornos de Reducción). Como recomendación el autor propuso:

a) Evaluar sistemáticamente la influencia de los distintos factores que influyen en la representatividad de la muestra; b) con la apertura de nuevos yacimientos recomienda investigar la actualidad de los modelos de pronóstico y, c) chequeo sistemático de la toma de muestra. Como resultado del trabajo se estableció una nueva norma de muestreo y preparación de muestra al laboratorio (NEIB 11-03-08:2012).

También Bernal, (2007), argumenta la caracterización de la representatividad del muestreo en la instalación para beneficiar el material descargado por los secaderos de mineral implementado en la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara (Scalping), así como, la determinación de los parámetros de muestreo correspondiente a la corriente del mineral fino arrastrado por los secadores de mineral. En el trabajo el autor argumenta el diseño y la ubicación del dispositivo de toma de muestra, estableciendo los procedimientos para el muestreo. Se expone además la base de obtención de los valores de los coeficientes empíricos de la fórmula simplificada para el cálculo de la masa mínima necesaria $q = kd^{\alpha}$ ampliamente utilizada por los especialistas y presentada en varios libros técnicos, estableciendo los siguientes valores para los coeficientes: para $\kappa = 0{,}068$ y $\alpha = 1{,}55$. Las principales recomendaciones fueron: propuesta de un muestreador mecánico

para la toma de muestra en el flujo del scalping y automatizar el proceso de toma de muestra del arrastre de polvo de secadero.

Otros trabajos de Bernal, (2006, 2007 y 2008), relacionados con el diagnóstico al sistema de muestreo y preparación de muestras que inciden en la contabilidad metalúrgica de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara, tales como: HR-1 , HR-4 , muestras de la Planta de Lixiviación y Lavado y Calcinación y Sínter; concluyó que el método de muestreo recomendado para la muestra S-3 es aleatorio, puntual y su toma de muestra debe ser de secciones transversal con muestreador de cuchara de forma trapezoidal para garantizar una toma de muestra eficiente y representativa para asegurar las tomas de decisiones en el proceso tecnológico.

1.9. Breve caracterización las muestras de control S-3 y S-4

La muestra S-3 se utiliza para establecer el contenido de carbón y la humedad de la mezcla de sínter y carbón abastecido a la máquina de sinterizar; contenido sobre todo del carbón que es determinante en el proceso de sinterización y en la calidad del producto final, en lo relacionado a su control en cuanto a mantenerlos por debajo de los valores máximos admisibles al proceso en el caso de los elementos perjudiciales como el carbón y en la estabilidad del contenido metálico del producto final fundamental de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara. Para la toma de esta muestra se utiliza un dispositivo de muestreo de tipo de cuchara, para tomar esta muestra se procede a cortar al chorro de mineral que cae abastecido por una banda del transportador DI-308 que alimenta a la máquina de sinterización, se toma con una frecuencia de dos horas y un incremento de 0,125 kg cada una hora, para lo que se va depositando en un recipiente con tapa que garantiza un tamaño de muestra de 1 kg por lo que es una muestra compleja. Como prerrogativa en esta muestra no están establecidos y debidamente argumentados el tipo de muestra, el método de muestreo, los parámetros de la muestra representativa, solo aparece en el procedimiento como parámetros técnicos, tomar una muestra de 1 kg. con incremento de 0,125 kg cada una hora. Las dimensiones de la cuchara resultan insuficientes desde el punto de vista de no abarcar toda la sección transversal de la banda. El tipo de muestra es compósito, la que por su naturaleza oculta las

oscilaciones de los contenidos de los elementos controlados en el intervalo de su realización y el incremento de 0,125 kg no cumple con la exigencia de ser mayor o igual que el tamaño de muestra inicial.

-Comportamiento de la muestra de control S-4, es una muestra de control del fino de retorno producto de las etapas de trituración del sínter descargado y clasificado en la zaranda vibratoria. Este fino se produce como resultado del cernido al paso del material por el último paño de la zaranda (paño de 12 mm). Las muestras valoradas concuerdan con la norma de empresa que es de 0,125 kg como masa necesaria. Se inspeccionó el apartado de toma de la muestra, ubicado en el bajante del dosificador 301, el cual tiene previsto un registro.

Durante la inspección a la preparación de la muestra S-4, se detectó que se desechaba parte de la muestra porque un por ciento determinado de las partículas que constituían la muestra eran superiores al tamaño de las aberturas del divisor, lo que constituye una pérdida de representatividad de la muestra al no tener la posibilidad de formar parte de la muestra final.

Conclusiones del capítulo

1. Los elementos descritos por investigadores, constituyen una base de partida para determinar la influencia de los parámetros temperatura, velocidad y presión de vacío en el proceso de sinterización.
2. Las técnicas de muestreo y clasificación del muestreo descrito por los investigadores son aplicables en los procedimientos generales de muestreo a seguir.
3. Los métodos de preparación de las muestras, expuestas por algunos investigadores servirán de metodología para el procesamiento de los datos obtenidos.
4. Los aspectos teóricos sobre el muestreo en el proceso de sinterización del óxido de níquel sinterizado, reflejan que no existe una metodología operacional que permita ajustar directamente las variaciones de los principales parámetros que tienen una decisiva influencia.

CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS

Este capítulo tiene como objetivo exponer la metodología de la experimentación para determinar la representatividad del muestreo de las muestras de control S-3 y S-4, para determinar la influencia de los principales parámetros que influyen en el proceso de sinterización.

A continuación se exponen y explican los materiales y equipos empleados durante la experimentación.

2.1. Características de las materias primas (óxido de níquel, fino de retorno y carbón antracita)

2.1.1. Características del óxido de níquel

Es un material producto del proceso de calcinación cuya granulometría se encuentra entre 55 a 65 % de la fracción de 2 mm, con un porcentaje de polvo por encima del 8 %, y es de color gris verdoso.

Características químicas:

Tabla 2.1 Características del óxido de níquel

Elementos	U/M	Contenido
Ni	%	75 Mín.
Co	%	1,45 máx.
Fe	%	0,50 máx.
S	%	0,05 máx.

En la tabla 2.1 se muestran los elementos por lo que está compuesto el óxido de níquel que forma parte de los elementos de la mezcla para el proceso de sinterización.

2.1.2. Características del fino de retorno de la máquina de sinterización

Es un material obtenido producto de la aglomeración y la reducción parcial del óxido de níquel en la máquina de sinterización.

Características físicas:
Es un material combinado de partículas gruesas y finas en forma de terrones porosos, con un tamaño hasta de 10 mm y con brillo metálico.

Características químicas:
Tabla 2.2 Características del fino de retorno

Elementos	U/M	Contenido
Ni	%	82 a 86
Co	%	1,30 máx.
Fe	%	0,90 máx.
S	%	0,06 máx.
C	%	0,35 máx.

En la tabla se muestran los elementos y contenidos por lo que esta compuesto el fino de retorno que forma parte de los elementos de la mezcla para el proceso de sinterización.

2.1.3. Características del carbón antracita

Características físicas:
Es un material de color negro brilloso, en la tabla 2.3 se muestra el comportamiento granulométrico del carbón, condición necesaria para el proceso de sinterización.

Tabla 2.3 Característica de la granulometría del carbón

Tamiz	6,0 mm	4,76 mm	2,5 mm	1,19 mm	-1,19 mm
U/M	0 %	5 %	68 %	16 %	11 %

Características químicas:

Tabla 2.4 Característica del carbón antracita

Elementos	U/M	**Contenido**
C	%	85 mínimo
S	%	0,5
Fe	%	< 0,5
H_2O	%	8 máximo

En la tabla se muestran los elementos y contenidos por lo que está compuesto el carbón antracita que forma parte de los elementos de la mezcla para el proceso de sinterización.

2.2. Materiales de partidas, reactivos y equipos a emplearse

Para la realización de la investigación se empleó óxido de níquel derivado del proceso de calcinación, carbón antracita y óxido de níquel sinterizado o fino de retorno, proveniente de la planta de Calcinación y Sínter de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara.

2.2.1. Materiales y herramientas

- Horno o máquina de sínter a escala industrial.
- Molino de disco para la preparación de la muestra.
- Balanza.
- Homogenizador.
- Equipo de lectura de azufre y carbón.
- Juegos de tamices (análisis granulométrico de muestras)
- Instrumentación de laboratorio.

2.3. Parte experimental

Para llevar a cabo la parte experimental, se procedió a determinar la cantidad de cada elemento que compone a la mezcla, a través del porcentaje medio que se utilizó en el mes de abril, el flujo total que se utilizó en la industria es de aproximadamente 320 kg/min de mezcla con una humedad de entre 6 y 8%, el porcentaje del óxido de níquel se encuentra entre 30 y 34%, el fino de retorno o el óxido de níquel sinterizado la cual su fracción granulométrica se encuentra en el entorno de -10 mm a 0 mm más del 50% su porcentaje en la mezcla promedia 62% y por último el carbón antracita se encuentra promediando 6,32%.

2.4. Diseño de experimentos

En la tabla 2.5 se utilizó el método factorial completo, que está basado en todas las posibles combinaciones entre las variables de estudio y los niveles escogidos. Se estudiaron cuatro factores en dos niveles, quedando la cantidad de pruebas a realizar de la manera siguiente: 2^4 = 16 pruebas. (Ullmann's 2002; Mitrofanov, S. I; Barski, L. A y Samygin, V. D, 1982. Las variables independientes son la temperatura expresada en grados Celsius, la velocidad expresada en revoluciones por minuto, el vacío de combustión y sinterización expresado en kPa. Las variables de salida son el porcentaje de azufre y carbón en las muestras identificada con S-3 y S-4.

Para analizar la influencia que ejercen las variables independientes sobre el proceso de sinterización, se procede al cálculo de cada componente de la mezcla ver epígrafe 2.5.

Tabla 2.5 Matriz de experimentación codificada

Pruebas	X_1	X_2	X_3	X_4
1	+	+	+	+
2	-	+	+	+
3	+	-	+	+
4	-	-	+	+
5	+	+	-	+
6	-	+	-	+

7	+	-	-	+
8	-	-	-	+
9	+	+	+	-
10	-	+	+	-
11	+	-	+	-
12	-	-	+	-
13	+	+	-	-
14	-	+	-	-
15	+	-	-	-
16	-	-	-	-

Tabla 2.6 Factores y niveles de experimentación

Niveles / Factores	**T ºC**	**Velocidad (rpm)**	**Presión Vacío 1 (kPa)**	**Presión Vacío 2 (kPa)**
Mínimo	1050	500	-1,8	-2,0
Básico	1000	650	-2,15	-2,6
Máximo	1150	800	-2,5	-3,2

Posteriormente se realiza la matriz experimental real, la que se muestra en la tabla 2.7

Tabla 2.7 Matriz real de experimentación

Factores / Pruebas	**T (ºC)**	**Velocidad (rpm)**	**Presión Vacío 1 (kPa)**	**Presión Vacío 2 (kPa)**
1	1150	800	-2,5	-3,2
2	1050	800	-2,5	-3,2
3	1150	500	-2,5	-3,2
4	1050	500	-2,5	-3,2
5	1150	800	-1,8	-3,2

6	1050	800	-1,8	-3,2
7	1150	500	-1,8	-3,2
8	1050	500	-1,8	-3,2
9	1150	800	-2,5	-2,0
10	1050	800	-2,5	-2,0
11	1150	500	-2,5	-2,0
12	1050	500	-2,5	-2,0
13	1150	800	-1,8	-2,0
14	1050	800	-1,8	-2,0
15	1150	500	-1,8	-2,0
16	1050	500	-1,8	-2,0

2.5. Metodología de cálculos para los componentes de la mezcla

Óxido descargado por los hornos = $\frac{NiCO_{3\,a\lim} \cdot 0{,}15}{0{,}76}$

- $NiCO_{3\ alim}$ Es el carbonato alimentado a los hornos.
- 0,15 Considera un 70 % de humedad y un contenido de níquel de 50 % en el carbonato.
- 0,76 Contenido de níquel en el óxido de níquel.

Convertir las t/h descargada por los hornos a kg/min, ya que el programa de los alimentadores está diseñado en kg/min.

$$NiO_{Desc} = \frac{NiOKg/h \cdot 1000}{60}$$

- 1000, es el factor de conversión de 1 t a 1000 kg.
- 60, es el factor de conversión de 1h a 60 min.

Después de ser convertida las t/h a kg/min, se procederá a definir el porcentaje de óxido de níquel, normalmente este porcentaje oscila entre 32 a 38%, seleccionado el 32 % de óxido de níquel se procederá con el fino de retorno a trabajarlo en 61,5% y el carbón antracita 6,5%.

Si la cantidad de óxido de níquel es igual a 66 kg/min y el fino = X_1, y el carbón=X_2, entonces se calculan de la siguiente manera:

$X_1 = \frac{66kg/\min \cdot 61{,}5\%}{32\%}$ =126,843 kg/min y es la cantidad de fino de retorno a alimentar a la máquina de sínter.

Para el cálculo del carbón idéntico al de fino:

$X_2 = \frac{66kg/\min \cdot 6{,}5\%}{32\%}$ =13,406 kg/min. Es la cantidad de carbón a alimentar a la máquina de sínter.

Calculada la cantidad de elementos de cada uno de los componentes de la mezcla se procederá alimentar a la máquina de sinterización.

2.6. Instalación empleada en el proceso de investigación

Con el fin de lograr los objetivos propuestos, la parte experimental se realiza a escala industrial en la máquina de sinterización, con los componentes de la mezcla derivado de cada proceso, como se observa en la figura 2.1.

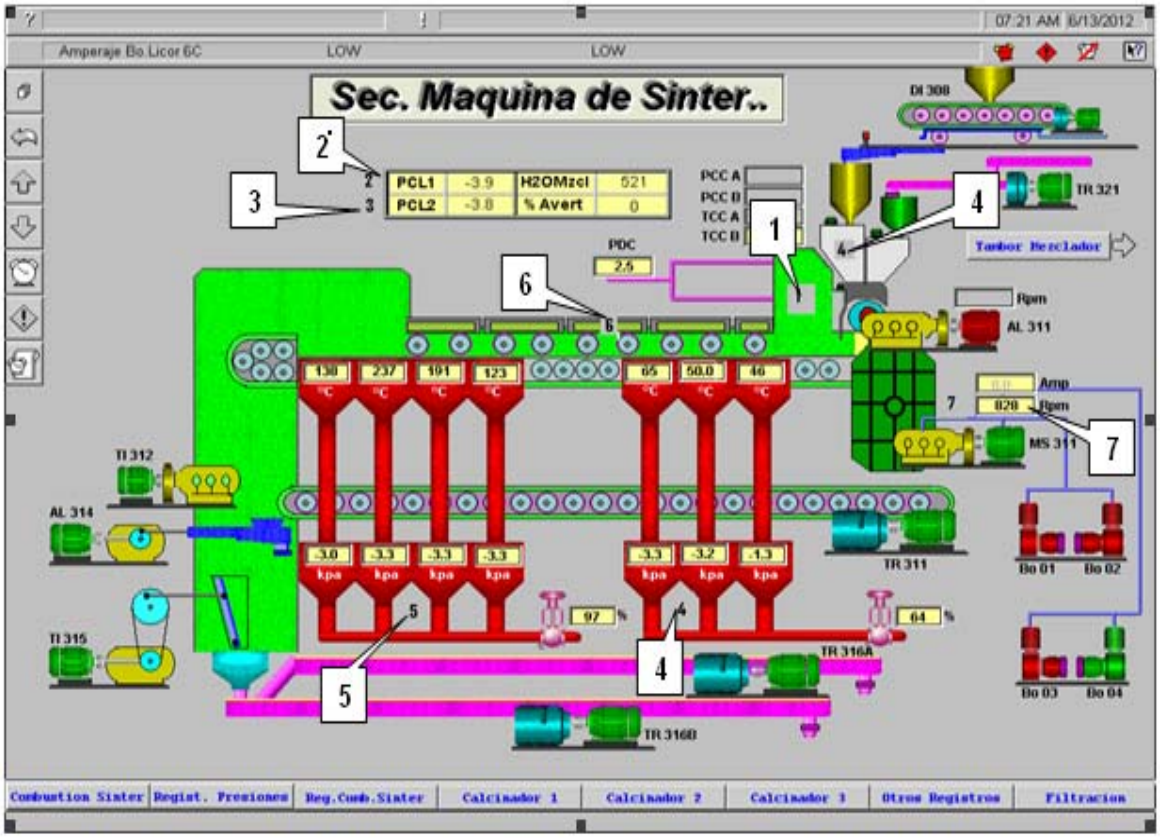

Figura 2.1. Horno de sinterización a escala industrial

Esta consta con:

1- Cámara de combustión.

2- Registro de presión vacío 1

3- Registro de presión vacío 2

4- Bajantes de las cámaras de combustión zona de sinterización.

5- Bajantes de las cámaras de combustión zona de sinterización.

6- Carros de sinterización.

7- Registro de velocidad de la máquina de sínter.

2.7. Procedimientos experimentales

Los objetivos previstos para el desarrollo de la investigación, serán establecer los parámetros para determinar el comportamiento del azufre y el carbón durante el proceso de preparación de mezcla y el proceso de sinterización, las regularidades del proceso se verán en condiciones reales con diferentes muestras establecidas

según las operaciones de la industria, para lo cual se empleará la siguiente metodología:

1- Se determinarán los porcentajes y la masa de cada componente de la mezcla.

2- Se fijan los valores de temperatura, velocidad de desplazamiento de la máquina de sinterización y el vacío en cada zona de sinterización para cada prueba experimental.

3- Se controla y chequea cada elemento de la mezcla.

4- Se inicia la toma de muestra cada 2 horas, la de control S-3 y S-4.

5- En el caso de la S-3 se procederá de manera inmediata a su preparación para eliminar humedad y luego ser molida para determinar azufre y carbón conociendo que del comportamiento de la S-3 dependen de las modelaciones del proceso de sinterización el cual está identificado por la S-4.

6- Para el caso de la muestra S-4, se procederá de manera inmediata a su molienda y homogenización para determinar azufre y carbón.

7- Preparación de la muestra una vez lista según los procedimientos y normas del laboratorio en su análisis químico para determinar azufre y carbón.

2.8. Metodología para la determinación de los parámetros de muestreo de las muestras S-3 y S-4

1- Elección del método y del dispositivo de toma de la muestra de la mezcla de sínter con carbón en la muestra S-3 y S-4.

2- Determinar la composición granulométrica del flujo de mezcla de sínter con carbón S-3 y el fino de retorno óxido de níquel sinterizado S-4.

3- Cálculo de la masa mínima de las muestras puntuales a tomar del flujo de mezcla de sínter con carbón de acuerdo a la clase de mayor tamaño:

Para el cálculo de la masa mínima necesaria en la investigación se empleó el método de K.L.Pozharitski, N.V. Báryshev y P.L. Kállistov quienes establecieron que la masa mínima de la muestra depende de los siguientes factores:

• Grosor y forma de los granos.

• Densidad de los minerales.

• Distribución uniforme de los granos.

• Contenido de los granos.

• Exactitud requerida del muestreo.

Proponen la siguiente expresión empírica (E-13) para el cálculo de la masa mínima de la muestra (en kg).

$$q = kd^{a} \qquad \text{E-13}$$

Donde:

d- es el diámetro máximo de la partícula, mm.

k y *a*- son coeficientes empíricos que son función del tipo de mineral y la homogeneidad de los mismos.

En la tabla 2.8 se muestran los valores empíricos (k y a), resultados de las investigaciones realizadas por los autores Pozharitski, Báryshev, Kállistov y otros

Tabla 2.8 Valores de (k) y (a) según Pozharitski, Báryshev, Kállistov y otros

Denominación	*Tipo de minerales*	*k*	*a*
Uniforme	-	*0,06*	*1,8*
No uniforme	*Minerales de metales pesados no ferrosos*	*0,06*	*1,8*
El contenido del componente extraído es comparable con el contenido de la roca	*Minerales de hierro, Bauxitas*	*0,06*	*1,8*
No uniforme	*Mo,Mg, Cu, Pb,*	*0,1*	*2,0*
No uniforme, partículas gruesas	*Minerales raros*	*0,18*	*2,25*
Uniforme	*Be, Ta, Niobio*	*0,05*	*2,0*
Uniforme	*Au*	*0,2*	*2,0*

4- Comprobación del tamaño de muestra inicial según la productividad del flujo de mezcla de sínter S-3 y fino de retorno S-4, las características cinemáticas del dispositivo tomamuestras.

Para la determinación del tamaño de muestra puntual según estos parámetros se utiliza la fórmula:

$$q = \frac{Q \cdot b}{3600 \cdot Vs}$$ E-14

Donde:

Vs- velocidad de penetración de la cuchara del dispositivo tomamuestra al chorro, para los cálculos se toma la óptima recomendada en la literatura según Bangaroon D. Francois & Pierre Gy, (1999) y la experiencia de 0,45 m/s, que es la nominalizada.

Q- productividad horaria alcanzada en los abastecimientos de la mezcla de sínter carbón a la tolva de alimentación a la máquina de sinterización en planta de calcinación y sínter, se tomarán 27 t/h, considerando una productividad de 648 t en la jornada. Para el caso de la S-4 375 kg/min, considerando 22,5 t/h

b- Ancho de la cuchara 180 mm para la S-3.

b- Ancho de la cuchara 120 mm para la S-4.

5- Determinación del tamaño de muestra inicial para determinar la composición granulométrica del flujo de mezcla de sínter S-3 y fino de retorno S-4.

Como estos son semiproductos, constituye una de las materias primas del proceso de sinterización, las muestras deben ser sometidas a determinación de la composición granulométrica, es por ello que se debe comprobar si el tamaño de masa inicial es suficiente para tales determinaciones.

Son conocidas una serie de fórmulas para la determinación de la masa mínima de las muestras para la determinación de la composición granulométrica, por ejemplo la fórmula de V. Lokonov, la más recomendada por la literatura especializada por ser con la que menor error se obtiene.

$$q = 0{,}5d + 0{,}02d^2$$ E-15

Donde:

d- diámetro máximo de fracción de mayor tamaño, m

6-Para la determinación de la frecuencia del muestreo S-3 y S-4, que no es más que la cantidad de muestras a tomar durante el turno, se elige uno de los periodos más

variables de la mezcla de carbón con sínter durante el tiempo que duró la investigación y cómo es el tamaño de muestra que ya ha sido previamente establecido de forma experimental y en base a ella se toman muestras puntuales cada una hora. El experimento se lleva a cabo en no menos de 10 turnos y el periodo que se muestra es un periodo en que hay variaciones bruscas en el contenido de azufre y carbón de los elementos controlados, en el cálculo se utiliza la fórmula general que plantea que la dispersión de la media debe ser menor que la dispersión admisible y se relacionan por la siguiente expresión:

$$N = \frac{t\sigma^2}{m^2} \qquad \text{E-16}$$

Donde:

t- Coeficiente de fiabilidad del muestreo, el que corresponde al nivel de confianza de la probabilidad p, en este caso p = 0,95 y t = 2.

m-Error límite del contenido medio del componente útil en la muestra, para nuestro caso tomamos 0,03% por la alta variabilidad de estos elementos.

σ= Desviación Estándar, la que es determinada experimentalmente a escala industrial para los productos que se muestrearon.

7- Comprobación de la frecuencia del muestreo considerando los límites admisibles de las oscilaciones del contenido de carbón y azufre.

La desviación media cuadrática del contenido en las muestras puntuales es igual a:

$$S^{\alpha T} = \frac{D^{\alpha}}{4} \qquad \text{E-17}$$

Donde:

Dα = limites de las oscilaciones del contenido de carbón a lo largo del turno.

Las muestras puntuales realizadas en la investigación a lo largo de 2 meses, durante el turno de 12 horas, mostraron que las mayores oscilaciones observadas del carbón y que tenían un valor, para considerarlas significativas (frecuencias relativas de 2,8%) fue de 8,4 %.

Dα =0,084%

Teniendo en cuenta el coeficiente de variación de la masa de las muestras puntuales por irregularidad en la productividad del flujo.

$$S^{\alpha T} = \sqrt{S^{\alpha T}\, 2(1 + 2V^{\alpha}\, 2)} \qquad \text{E-18}$$

Donde:

V^{α} = coeficiente de variación de las muestras puntuales, expresado en partes de la unidad, en investigación la mayor observada en el muestreo puntual es de 0,20 para S-3 y S-4 0,30 respectivamente.

Un coeficiente de variación de 20 a 30% influye poco en el crecimiento del error de la toma de las muestras puntuales y se puede no considerar ya que su valor se calcula aproximadamente, en la investigación se asume como reserva el valor de 20%.

El error medio cuadrático admisible de los resultados se determina por la ecuación E-19.

$$S^{\alpha re} = \frac{|\Delta\alpha|}{2} \qquad \text{E-19}$$

Donde:

$|\Delta\alpha|$= valor absoluto del error de los resultados de la determinación del contenido de carbón y azufre en las muestras dentro del turno.

El valor exigido del contenido de carbón y azufre de las muestras en el turno es

α = 5,8 %

α = 0,045 %

El error relativo admisible de los resultados de la determinación del contenido de carbón en las muestras del turno es de 3%. Por consiguiente $\Delta\alpha = \pm$ 0,18%

Es aceptado que la toma de la muestra aporta a la dispersión del error la mitad de su componente. Entonces se determina por E-20

$$S^{2\alpha to} = 0{,}5 S^{2\alpha to} \qquad \text{E-20}$$

Entonces la cantidad de muestras puntuales será calculada por la expresión E-21:

$$N = \frac{S^{2}\alpha T}{S^{2\alpha re}} \qquad \text{E-21}$$

Por lo que la frecuencia de muestreo establecida según las desviaciones máximas del carbón y azufre durante el turno.

9- Procedimiento de preparación de la muestra inicial suficiente.

2.9. Método de modelación estadística para el proceso de sinterización

Los resultados obtenidos fueron tratados por métodos estadísticos y analizados técnicamente, para obtener el modelo estadístico- matemático, según la metodología que se muestra:

1- Control de homogeneidad de los valores (según filas)

a) Por cada una de las filas se toman los valores dudosos, por apreciación del investigador (y*).

b) Determinación del valor promedio (sin tener en cuenta el error)

$$\bar{y}_1 = \frac{y_a + y_b + ... y_n}{n-1}$$ n: # de repeticiones

c) Determinación de la desviación cuadrática (sin incluir el dudoso)

$$Dc = \sqrt{\frac{\left(\bar{y}_1 - y_a\right)^2 + \left(\bar{y}_1 - y_b\right)^2 + ... \left(\bar{y}_1 - y_n\right)^2}{n-1}}$$

d) Cálculo del valor del criterio t de student. $t_{calc} = \frac{y^* - \bar{y}_1}{Dc}$

e) Determinación de t_{tab} – grados de libertad *f = n - 1*, nivel de significación α = 0,05.

f) Comparación de los criterios t_{calc} - $t_{tab.}$

Si $t_{calc} < t_{tab.}$, el valor se corresponde con los otros valores de la serie y participa en el resto de los cálculos (No hay que eliminarlo).

El valor promedio de cada una de las filas estará en función del análisis anterior.

Si durante las pruebas realizadas no existen errores, pasar directamente al punto 2.

2- Cálculo de la dispersión por fila y control de su homogeneidad.

a) Se determina la dispersión por cada una de las filas según:

$$S_1^2 = \left[\left(\bar{y}_1 - y_a \right)^2 + \left(\bar{y}_1 - y_b \right)^2 + \ldots \left(\bar{y}_1 - y_n \right)^2 \right] \cdot \frac{1}{n-1}$$

b) Suma de las dispersiones.

$$\sum_{i=1}^{N} S_1^2 + S_2^2 + S_3^2 + \ldots + S_N^2$$

N: # de experimentos.

c) Cálculo del criterio de Cochran (G) para cada fila.

$$G_{calc} = \frac{S_{i\ máx}^2}{\sum S_i^2}$$

Para 1 grado de libertad $f_1 = n - 1$; $f_2 = N$; $\alpha = 0{,}05$

Si $G_{calc} < G_{tab}$, la dispersión es homogénea de cada fila analizada con respecto a la población.

3- Cálculo de la dispersión de reproducibilidad.

a) $S_y^2 = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^{N} S_1^2$

b) Error de reproducibilidad. $S_y = \sqrt{S_y^2}$

c) Cálculo del criterio t student $t_{calc} = \frac{S_y}{S_y^2}$

d) Determinación t_{tab} ; f = N(n - 1) ; $\alpha = 0{,}05$.

e) Comprobación de los criterios t_{calc} - t_{tab}.

Si $t_{calc} > t_{tab}$, la diferencia entre los valores de la respuesta en diferentes puntos del plano está comprobada estadísticamente.

4- Cálculo del valor medio de respuesta y control del significado de su diferencia.

a) Valor del criterio de t student $t_{calc} = \dfrac{\bar{y}_{\max} - \bar{y}_{\min}}{S_y \cdot \sqrt{\dfrac{1}{n_{\max}} + \dfrac{1}{n_{\min}}}}$

b) Determinación de $t_{tab;}$ f = n_{max} + $n_{min.}$

c) Comprobación del criterio t_{calc} - t_{tab}.

Si t_{calc} > $t_{tab,}$ la diferencia entre los valores de la respuesta en diferentes puntos del plano está comprobado estadísticamente.

5- Determinación de los coeficientes de la ecuación de regresión.

$$b_0 = \frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_2 + \bar{y}_3 \cdots + \bar{y}_N}{N} \qquad b_1 = \frac{\bar{y}_1 - \bar{y}_2 + \bar{y}_3 \cdots - \bar{y}_N}{N} \qquad bn = \frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_2 - \bar{y}_3 \cdots + \bar{y}_N}{N}$$

Este cálculo se realiza tomando los valores verticales de la matriz.

La ecuación de regresión es: $\xi = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + \cdots + b_{12} X_1 X_2 + \cdots b_N X_N$

6- Control estadístico del significado de los coeficientes de la ecuación de regresión.

a) Error de la prueba. $S_p = \dfrac{S_y}{\sqrt{N \cdot n}}$

b) Cálculo del criterio t student. $t_{calc} = \dfrac{b_0}{S_p}$; $t_{calc} = \dfrac{b_1}{S_p}$; $t_{calc} = \dfrac{b_N}{S_p}$

c) Determinación t_{tab} ; f = N (n - 1) ; α = 0,05.

d) Comprobación de los criterios t_{calc} - $t_{tab.}$

Si t_{calc} > t_{tab} , los coeficientes de la ecuación son significativos.

Si t_{calc} < t_{tab} , los coeficientes de la ecuación no son significativos.

7- Control de la adecuación de la ecuación de regresión.

a) Se realiza el cálculo para cada punto del plano.

$$\hat{y}_1 = \pm b_0 \pm b_1 \pm b_2 + \cdots \pm b_N$$

$$\hat{y}_2 = \pm b_0 \pm b_1 \pm b_2 + \cdots \pm b_N$$

$$\hat{y}_N = \pm b_0 \pm b_1 \pm b_2 + \cdots \pm b_N$$

b) Dispersión de adecuación.

$$S^2_{adec} = \frac{n}{N-n-1}\left[\left(\bar{y}_1 - \hat{y}_1\right)^2 + \left(\bar{y}_2 - \hat{y}_2\right)^2 + \ldots \left(\bar{y}_n - \hat{y}_n\right)^2\right]$$

c) Se calcula el criterio de Fisher. $F_{calc} = \frac{S^2_{adec}}{S^2_y}$

d) Determinación F_{tab} : f_1 = N - (n - 1) ; f_2 = N (n - 1) ; α = 0,05.

e) Comprobación del criterio $F_{calc} - F_{tab}$.

Si $F_{calc} < F_{tab}$; el modelo es adecuado al objeto investigado.

8- Cálculo del coeficiente de correlación.

Prueba	$\bar{y}_i$	$\hat{y}_i$	$\left(\bar{y}_1 - \hat{y}_i\right)^2$	$y_G = \frac{\sum \bar{y}_1}{N}$	$\left(\hat{y}_1 - y_G\right)^2$
1					
2					
3					
N					
	$\sum \bar{y}_i =$		$\sum (1)^2$		$\sum (2)^2$

$$R = \sqrt{1 - \frac{\sum (1)^2}{\sum (2)^2}}$$

Los coeficientes de correlación pueden tomar los siguientes significados.

1- R = 0, No hay correlación.

2- R = 1, Relación positiva.

3- R = -1, Relación negativa

4- R=-1 ÷1; Existe relación con mayor o menor veracidad.

Todo el análisis estadístico fue auxiliado de programas profesionales como el EXCEL.

2.10. Técnicas de análisis

Los análisis de carbón y azufre se determinan por el analizador simultáneo de azufre y carbón EMIA - V SERIES el que se muestra en la figura 2.2

Este equipo asimila muestras en forma de polvo o virutas metálicas, con un rango de análisis de carbón de 0 a 6 % y azufre de 0 a 0,6 %. Este método se fundamenta en la combustión de la muestra en presencia de oxígeno, empleando un acelerador en un horno de alta frecuencia, dando lugar a la formación de dióxido de carbón (CO_2) y dióxido de azufre (SO_2), logrando la determinación cuantitativa de estos componentes a través del analizador infrarrojo, en correspondencia con el peso de la muestra y los factores de calibración.

Figura 2.2. Analizador simultáneo de azufre y carbón EMIA - V SERIES

Conclusiones parciales capítulo

1. Se empleó el método de diseño experimental factorial completo para evaluar la influencia de los principales factores que influyen en el proceso de sinterización.

2. El método de muestreo recomendado para la muestra S-3 y S-4 garantiza un amplio espectro entre la parte analítica y tecnológica.

3. Las técnicas analíticas utilizadas en la investigación, fueron aplicadas en instalaciones y equipos certificados, lo que permite la confiabilidad de los resultados.

CAPÍTULO 3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

Tradicionalmente el muestreo de los flujos de materias primas y semiproductos en la planta de productos finales, en las fábricas de níquel de avanzadas en el mundo se realiza por el método de las secciones transversales, el que excluye el error sistemático en la toma de la muestra, la aplicación de tal método responde a las condiciones de operación y medios con que cuenta la Empresa Ernesto Che Guevara, ya que su aplicación es posible en el lugar donde se encuentra ubicada la muestra S-3 y S-4.

3.1. Análisis para la determinación del método de muestreo empleados en la investigación

3.1.1. Composición granulométrica del flujo de mezcla de sínter con carbón S-3 y fino de retorno S-4

Para determinar la composición granulométrica de la muestra S-3, se tomaron 12 muestras de tamaño superior a 12 kg y se le realizó el análisis de tamizado, en las clases +6,36 mm, +1,64 mm, +325 mesh y -325 mesh, que corresponden a los tamices con igual dimensión, el tamizado se realizó por vía seca, lo que responde a la particularidad de que se trata de un material seco sin tendencia a hacer concreciones.

La clasificación granulométrica tiene como objetivo el establecimiento de la fracción de tamaño máximo, medio y mínimo, que se encuentre en un tamaño de clase mayor del 3 % y alrededor del 7 %; una muestra de los valores modales alcanzados con mayor probabilidad se da en la tabla 3.1.

Tabla 3.1 Composición granulométrica más frecuente del flujo de la mezcla S-3

Días	Peso total Muestra(g)	Peso(g) + 6,36 mm	%	Peso(g) +1,64mm	%	Peso(g) -0,074mm	%
1	12000,08	987,230	8,23	5741,11	47,84	985,260	8,21
2	14012,23	987,560	7,05	5987,23	42,73	804,090	5,74
3	12500,26	991,230	7,93	6000,01	48,00	789,260	6,31
4	13500,08	1250,010	9,26	5487,23	40,65	650,250	4,82
5	14280,91	789,560	5,53	6521,08	45,66	754,230	5,28
6	15245,36	802,560	5,26	5897,29	38,68	700,120	4,59
7	13500,25	897,300	6,65	6028,13	44,65	562,360	4,17
8	13256,38	658,260	4,97	5879,25	44,35	458,260	3,46
9	12500,09	1002,000	8,02	5000,02	40,00	502,890	4,02
10	12589,97	856,780	6,81	4897,02	38,90	420,230	3,34
11	14897,29	562,140	3,77	3988,23	26,77	605,000	4,06
12	12567,09	800,010	6,37	5089,52	40,50	789,890	6,29
Promedios	13404,166	882,053333	6,65	5543,010	41,56	668,487	5,02

En la Tabla 3.1 se puede observar que la clase de mayor tamaño es la de +6,36 mm; la que se encuentra con una frecuencia relativa media de 6,65 %; la clase de tamaño medio con una frecuencia relativa acumulada de 41,56 % fue la clase de partículas de +1,64 mm; y la clase de menor tamaño -325 mesh con una frecuencia relativa del 5,02 % (2,3). La comprobación en cuanto al número de partículas por muestra de las clases +12 mm, +9,5 mm y +8 mm dio que la cantidad de fracciones en la clase de tamaño respectivas, tampoco eran representativas para ser considerada, una de ellas como la clase de mayor tamaño. A partir de aquí las clases muestreadas fueron +6,36 mm, +1,64mm y +325 mesh.

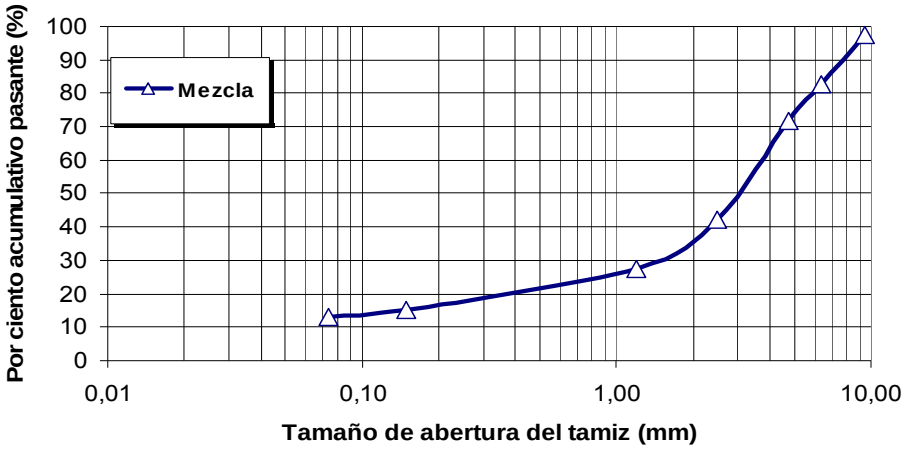

Figura 3.1. Distribución granulométrica de la muestra S-3

El tamaño máximo de partículas determinado fue de 9,51 mm (2,71 % de la masa total). Sobre la base del cálculo del tamaño máximo nominal de las partículas puede incluirse en la muestra, ver tabla 3.19 de los anexos.

-Muestra S- 4

Se tomaron más de 12 muestras de tamaño mayores de 12 kg y se le hizo un barrido con cribas con celdas en forma cuadrada para considerar la forma irregular de las partículas, en las clases +6,36 mm, +1,64 mm, +325 mesh y -325 mesh. El objetivo de esta clasificación granulométrica es el establecimiento de la fracción de tamaño máximo, medio y mínimo, que se encuentre en un tamaño de clase mayor del 3 % y alrededor del 9,2 %; una muestra de los valores modales alcanzados con mayor probabilidad se observa en la tabla 2, el tamaño de la masa es mucho mayor del que se requiere para hacer una determinación granulométrica.

Tabla 3.2. Composición granulométrica más frecuente del flujo de la mezcla S-4

Días	Peso total Muestra(g)	Peso(g) + 6,36 mm	%	Peso(g) +1,64 mm	%	Peso(g) -0,074 mm	%
1	12036,25	1400,210	11,63	5741,11	47,70	1085,260	9,02
2	15230,69	1236,250	8,12	5987,23	39,31	1678,320	11,02
3	15879,25	1489,070	9,38	6000,01	37,79	1469,000	9,25
4	17528,09	1587,200	9,06	5487,23	31,31	1108,650	6,32
5	14000,78	1358,200	9,70	6521,08	46,58	1642,320	11,73
6	12879,23	1325,080	10,29	5897,29	45,79	1487,230	11,55
7	15879,58	1258,020	7,92	6028,13	37,96	1258,890	7,93
8	15874,36	1208,250	7,61	5879,25	37,04	1148,260	7,23
9	14785,02	1125,230	7,61	5000,02	33,82	1254,260	8,48
10	13658,25	1555,020	11,39	4897,02	35,85	999,025	7,31
11	15253,89	952,230	6,24	3988,23	26,15	1052,600	6,90
12	13875,23	999,090	7,20	5089,52	36,68	1125,090	8,11
Promedio	14740,052	1291,154	8,85	5543,01	38,00	1275,74	8,74

Se puede observar que la clase de mayor tamaño es la de +6,36 mm; la que se encuentra con una frecuencia relativa media de 8,85 %; la clase de tamaño medio con una frecuencia relativa acumulada de 38 % fue la clase de partículas de +1,64 mm; y la clase de menor tamaño -325 mesh con una frecuencia relativa del 8,74 % (2,3). La comprobación en cuanto al número de partículas por muestra de las clases +12 +9,5 y +8 mm se obtuvo que la cantidad de fracciones en la clase de tamaño respectivas, tampoco eran representativas para ser considerada, una cualesquiera de ella, como la clase de mayor tamaño. A partir de aquí las clases muestreadas fueron +6,36 mm, +1,64 mm y +325 mesh.

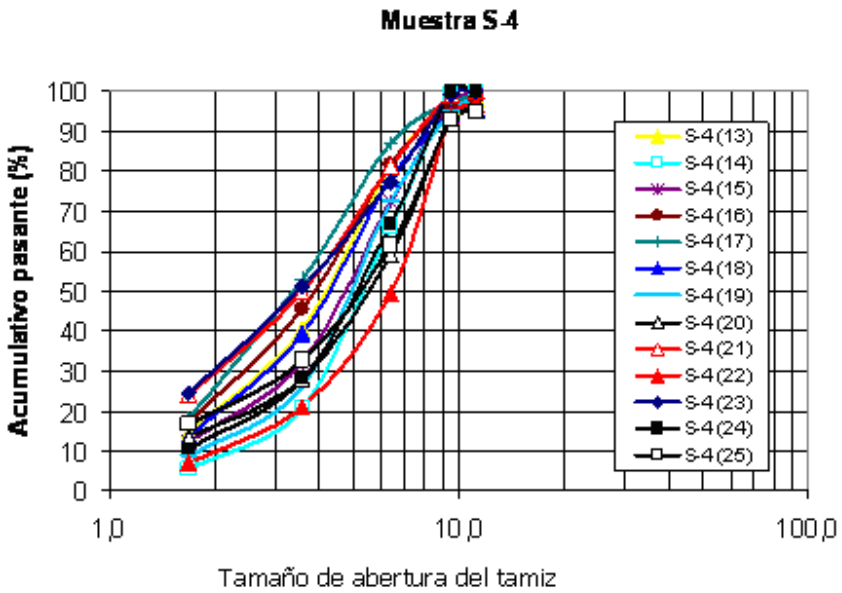

Figura 3.2. Distribución granulométrica de la muestra S-4

El tamaño máximo de partículas determinado fue de 9,34 mm (2,21 % de la masa total). Sobre la base del cálculo del tamaño máximo nominal de las partículas puede incluirse en la muestra, ver tabla 3.20 de los anexos.

3.1.2. Cálculo de la masa mínima de las muestras S-3 y S-4 puntuales a tomar del flujo de mezcla de sínter con carbón de acuerdo a la clase de mayor tamaño

Para el cálculo de la masa mínima necesaria empleando la ecuación E- 13, para la selección de los coeficientes empíricos (k y a), se seleccionarán (k) coeficiente que depende de las particularidades del semiproducto, considerando las muestras extremadamente heterogénea para asegurar los cálculos se le asignó el valor de 0,09.

a=1,5 a 2,7 Magnitud variable, que se establece experimentalmente, como el diámetro de los granos mayores de la muestra es 8 mm, escogemos 2, por lo tanto los valores de la masa mínima:

q=6,68 kg para la muestra S-3.

q= 8,52 kg para la muestra S-4.

3.1.3. Comprobación del tamaño de muestra inicial según la productividad del flujo de mezcla de sínter S-3 y fino de retorno S-4, las características cinemáticas del dispositivo tomamuestra

Los cálculos se realizaron por la metodología del capítulo 2 por la ecuación E-14, en la investigación el valor (Vs) se seleccionó 0,45 m/s, según las características cinéticas del dispositivo de muestreo, resultó que la comprobación del tamaño de las muestras es:

q_{S-3}= 3 kg

q_{s-4}= 1,66 kg

Por lo que el tamaño de muestra establecida por vía experimental según la clase de mayor tamaño cumple satisfactoriamente con la que exige la productividad del flujo y las características cinemáticas del nuevo dispositivo, el que trabajará con reservas sustanciales dado lo irregular de la productividad.

El tamaño de la muestra puntual para la determinación de la composición química queda determinado por el tamaño de la fracción máxima que es abastecida en la planta de calcinación y sínter y será de 6,52 kg, la que constituye el tamaño de muestra inicial suficiente para la S-3 y para la S-4 8,05 kg.

3.1.4. Determinación del tamaño de muestra inicial para determinar la composición granulométrica del flujo de mezcla de sínter con carbón

Por lo que el tamaño de muestra se calculará por la E-15, por la necesidad de determinar la composición granulométrica para la muestra, el valor calculado para S-3=6,55 kg y para S-4= 6,49 kg.

La práctica recomienda en el caso como el que se trata, en que se determinan tamaños de partículas que son interclases o sea que se encuentran comprendidas entre dos clases de tamaños, multiplicar este tamaño de muestra anteriormente obtenido por dos, por lo que esta muestra con tal propósito se tomará con una masa inicial de no menos de 10 kg.

3.1.5. Determinación de la frecuencia del muestreo para S-3 y S-4

Para determinar la frecuencia de muestreo para S-3 y S-4, es necesario realizar el análisis de la desviación estándar, la que es determinada experimentalmente a escala industrial para el producto que es muestreado, en la tabla 3.3 y 3.4 se muestran los valores calculados.

Tabla 3.3. Resultados del experimento para la determinación de σ

Horas	S	C
1	0,06	3,06
2	0,06	3,1
3	0,06	3,01
4	0,04	3,08
5	0,05	3,15
6	0,03	3,09
7	0,03	3,15
8	0,04	3,16
9	0,04	3,22
10	0,04	3,28
11	0,04	3,17
Promedio($\overline{X}$)		3,136
σ		0,073

Tabla 3.4. Resultados del experimento para la determinación de σ

Horas	S	C
1	0,045	1,87
2	0,047	1,05
3	0,048	1,02
4	0,052	0,989
5	0,038	1,23
6	0,041	1,20
7	0,042	1,32
8	0,049	1,29
9	0,052	1,25
10	0,050	1,09
11	0,048	1,08
Promedio($\overline{X}$)		3,124
σ		0,068

Sustituyendo en la ecuación E-16 planteada en el capítulo 2, se obtiene que deben ser tomadas 6 muestras en 12 horas; lo que significa que cada 2 horas debe ser tomada una muestra para el caso de la S-3, y para la S-4 aunque el valor está cercano a 11 horas se recomienda muestrear 6 muestra cada 2 horas para un total de 6 muestras por turno.

3.1.6. Comprobación de la frecuencia del muestreo considerando los límites admisibles de las oscilaciones del contenido de carbón

Las muestras puntuales realizadas en la investigación a lo largo de 2 meses, durante el turno de 12 horas, mostraron que las mayores oscilaciones observadas del carbón presentaron valores considerados significativos (para una frecuencia relativa de 2,8 %), para la S-3 fue de 9,02 % y para la S-4, fue de 8,09 %

D^{α} =0,090% para S-3

D^{α} =0,080% para S-4

Sustituyendo los valores de los límites de las oscilaciones del contenido de carbón a lo largo del turno se obtiene por la ecuación E-17:

$S^{\overline{\alpha T}}$ =0,029% para S-3

$S^{\overline{\alpha T}}$ =0,020% para S-4

Teniendo en cuenta el coeficiente de variación de la masa de las muestras puntuales por irregularidad en la productividad del flujo se empleó la E-18.

El coeficiente de variación de las muestras puntuales, expresado en partes de la unidad, en nuestro caso la mayor observada en el muestreo puntual es de 0,20 para S-3 y S-4 0,30 respectivamente.

Sustituyendo los valores en al E-19

$S^{\alpha T}$ = 0,10%

$S^{\alpha T}$ = 0,15%

Un coeficiente de variación de 20 a 30 % influye poco en el crecimiento del error de la toma de las muestras puntuales y se puede no considerar ya que su valor se calcula aproximadamente, en nuestro caso se asume como reserva el valor de 20 %.

I $\Delta\alpha$ I= valor absoluto del error de los resultados de la determinación del contenido de carbón y azufre en las muestras dentro del turno.

El valor exigido del contenido de carbón y azufre de las muestras en el turno es α = 5,8 %

El valor exigido del contenido de carbón de las muestras en el turno es para la S-3 α = 4,9 % y para S-4 α = 3,78 %

El error relativo admisible de los resultados de la determinación del contenido de carbón en las muestras del turno es de 3%. Por consiguiente $\Delta\alpha$ = $\pm$ 0,18%

S αre = $\frac{0,18}{2} = 0,09\%$

Es aceptado que la toma de la muestra aporta a la dispersión del error la mitad de su componente entonces determinaremos por la E-20

$S_2 \alpha to$ =0,5 $S_2 \alpha re$ = 0,5 =0,0081 = 0,00405

La cantidad de muestras puntuales será calculada por la E-21:

$N = 0,567 \approx 1\, muestra$. Para S-3

$N = 0,605 \approx 1\, muestra$. Para S-4

Por lo que la frecuencia de muestreo establecida según las desviaciones máximas del carbón durante el turno, de 6 muestras en el turno de 12 horas, cumple con la exigencia de respetar los valores límites admisibles de las oscilaciones de los contenidos de carbón a lo largo del turno. Se toma como frecuencia de muestreo de una muestra cada 2 horas, lo que constituye la frecuencia de muestreo para ambas muestras que queda establecida por las desviaciones máximas del contenido de carbón durante el turno.

3.1.7. Preparación de la muestra Inicial suficiente S-3 y S-4

Para S-3:

1- Conectar el dispositivo que garantiza la penetración del tomamuestra en el flujo a la velocidad de 0,45 m/s.

2- Dar tiempo necesario de retención hasta que se tomen los 6,55 kg de muestras mínimas, previamente calculados, se garantizará en su diseño y en las pruebas de puesta en marcha.
3- Conectar el dispositivo para la posición de trabajo.
4- Descargar él tomamuestra. La descarga la hace directamente a un recipiente y se cierra herméticamente.
5- Limpiar bien él toma muestra para no dejar restos de muestras en el mismo.
6- Se coloca de nuevo la cuchara del toma muestra en la posición de ataque.

Para la S-4

1- Introducir en el bajante del alimentador 301 un dispositivo que garantiza la penetración del toma muestra en el chorro a la velocidad de 0,45 m/s.
2- Dar tiempo de retención necesario hasta que se tomen los 6,49 kg de muestras mínimo, para lo que previamente como se dijo se garantizará en su diseño y en las pruebas de puesta en marcha.
3- Colocar el dispositivo fuera de la posición de trabajo.
4- La descarga de la muestra la realizará el muestrero, lo hace directamente a un recipiente y se cierra.
5- Limpiar bien la cuchara toma muestra para no dejar restos de muestras en el mismo.

3.2. Análisis estadístico sobre los parámetros de operación de la máquina de sinterización

El análisis estadístico, se realizó con el fin de obtener un modelo de regresión que se adecuara a los parámetros de estudio, los cuales respondan a las condiciones tecnológicas y analíticas que permitan a través del control de la presión de vacío, la velocidad y la temperatura de combustión tomar decisión en cuanto al muestreo de las muestras de control S-3 y S-4.

3.2.1. Análisis estadístico

Los resultados de laboratorio obtenidos fueron sometidos en primer orden a un control de homogeneidad para el caso de la influencia de los principales parámetros sobre el comportamiento del azufre y carbón en la muestra de control S-4. Los valores promedios de azufre y carbón se muestran en la tabla 3.5 y 3.6.

Tabla 3.5 Comportamiento del azufre en la muestra S-4

TIEMPO (h)	PRUEBA	Azufre (%)	PRUEBA	Azufre (%)	PRUEBA	Azufre (%)	PRUEBA	Azufre (%)
1	**1**	0,056	**5**	0,025	**9**	0,018	**13**	0,028
2		0,052		0,052		0,029		0,022
3		0,058		0,033		0,029		0,019
4		0,058		0,031		0,021		0,035
5		0,053		0,046		0,038		0,021
i1	**2**	0,061	**6**	0,046	**10**	0,057	**14**	0,028
2		0,060		0,037		0,035		0,029
3		0,058		0,030		0,033		0,030
4		0,048		0,024		0,028		0,026
5		0,065		0,026		0,034		0,031
1	**3**	0,057	**7**	0,055	**11**	0,037	**15**	0,026
2		0,035		0,046		0,027		0,035
3		0,028		0,058		0,029		0,028
4		0,034		0,041		0,036		0,053
5		0,029		0,022		0,029		0,024
1	**4**	0,035	**8**	0,065	**12**	0,028	**16**	0,036
2		0,036		0,024		0,030		0,014
3		0,029		0,021		0,029		0,065
4		0,021		0,066		0,026		0,024
5		0,029		0,054		0,029		0,021

Los valores de promedio de azufre registrados de la tabla 3.5 serán sometidos a la determinación de la dispersión por filas y control de la homogeneidad basada en el criterio de Cochran.

Tabla 3.6 Comportamiento del carbón en la muestra S-4

TIEMPO (h)	PRUEBA	Carbón (%)	PRUEBA	Carbón (%)	PRUEBA	Carbón (%)	PRUEBA	Carbón (%)
1	**1**	1,590	**5**	0,987	**9**	1,128	**13**	2,492
2		1,680		1,188		2,518		1,972
3		2,050		1,912		1,186		1,764
4		3,021		1,315		0,818		3,214
5		2,691		3,529		1,345		1,715
1	**2**	2,080	**6**	1,558	**10**	1,973	**14**	1,515
2		2,000		1,252		1,152		1,578
3		1,680		0,792		1,912		2,501
4		1,569		1,015		1,321		2,500
5		2,050		1,644		1,856		2,439
1	**3**	1,937	**7**	3,451	**11**	1,261	**15**	1,430
2		1,152		1,875		2,416		1,514
3		1,912		1,832		0,787		0,929
4		1,328		1,484		1,052		3,656
5		1,908		3,625		1,558		1,011
1	**4**	1,052	**8**	2,780	**12**	2,498	**16**	3,260
2		1,695		1,569		1,972		1,097
3		1,333		3,918		4,594		3,918
4		1,062		2,598		1,764		2,570
5		0,928		3,690		1,695		2,058

En la tabla 3.6 se encuentran registrados los valores promedio de carbón los cuales serán sometidos a la determinación de la dispersión por filas y control de la homogeneidad basada en el criterio de Cochran.

Tabla 3.7 Valor del criterio de Cochran calculado y el tabulado para el azufre

No	Dispersión S_i^2	Cochran G	No	Dispersión S_i^2	Cochran G	No	Dispersión S_i^2	Cochran G
1	0,027	0,16	**6**	0,019	0,04	**11**	0,001	0,00
2	0,032	0,09	**7**	0,025	0,11	**12**	0,032	0,12
3	0,011	0,01	**8**	0,021	0,08	**13**	0,009	0,02
4	0,005	0,01	**9**	0,008	0,00	**14**	0,029	0,07
5	0,015	0,05	**10**	0,041	0,08	**15**	0,009	0,02
						16	0,020	0,08
ΣS_i^2 = 4.42								

En la tabla 3.7 se muestra el valor del criterio de Cochran calculado y el tabulado, el cual se emplea para determinar la homogeneidad de los valores de las filas de las pruebas realizadas para la muestra de control S-4.

Tabla 3.8 Criterio de Cochran calculado y tabulado para el azufre S-4

Cochran calculado	Cochran tabulado
0,19	0,416

El valor del criterio de Cochran para las pruebas realizadas es menor que el valor tabulado, por lo que es posible plantear que hay una homogeneidad entre los valores de las diferentes filas que muestran las pruebas.

Partiendo del conocimiento anterior se determina la dispersión de reproducibilidad y el error de reproducibilidad, los que se emplean para calcular el valor del criterio t de student de las pruebas y comparar con el tabulado. Los valores se muestran en la tabla 3.9.

Tabla 3.9 Dispersión y error de reproducibilidad para el azufre

Dispersión de reproducibilidad, S_y^2	Error de reproducibilidad, S_y	t_{cal}	t_{tab}
0,190	0,280	2,78	1,28

En el caso de estudio, el valor calculado es mayor que el tabulado, por lo que el modelo es reproducible.

Luego del estudio de la representatividad de la información se llegó al modelo estadístico de regresión siguiente:

Y_S=0, 001 + T·0,05 + 0,001.·veloc + 0,003 P_{v-1} + 0,002.P_{v-2}·veloc-0,005.·T·veloc-0,025·T·P_{v-1} -0,21·T·P_{v-2}+0,017. veloc·P_{v-1} -0,02.·veloc·P_{v-2}-0,57· P_{v-1}.·veloc+0,30·P_{v-2}, veloc-0,19 ·T·P_{v-1}·veloc -0,30·T· P_{v-2}·veloc-0,03 T P_{v-1} P_{v-2}. veloc - 0,04. T. Pv-1. Pv-2. veloc.

El control estadístico del significado de los coeficientes de la ecuación de regresión por medio de la comparación de los valores del criterio de la t de student calculada con el valor tabulado. Resultó ser el error de la prueba S_p = 0,52

En la tabla 3.10 se muestra cada coeficiente de la ecuación de regresión con su respectiva t de student calculada y la t de student tabulada.

Tabla 3.10. Significación de los coeficientes de la ecuación de regresión para el azufre

Coeficientes	Valor	t_{calc}	Coeficientes	Valor	t_{calc}
$\mathbf{b_0}$	0,001	0,010	$\mathbf{b_{veloc.Pv-1}}$	0,107	1,291
$\mathbf{b_T}$	0,05	0,870	$\mathbf{b_{veloc.Pv-2}}$	-0,02	0,980
$\mathbf{b_{veloc}}$	0,001	0,020	$\mathbf{b_{Pv-1.\ veloc}}$	-0,057	0,987
$\mathbf{b_{Pv-1}}$	0,230	1,320	$\mathbf{b}_{Pv-2\cdot\ veloc}$	0,30	1,398
$\mathbf{b_{Pv-2}}$	0,220	1,290	$\mathbf{b_{T.\ Pv-1.\ veloc}}$	-0,19	1,025
$\mathbf{b_{T.veloc}}$	-0,005	0,690	$\mathbf{b_{T.\ Pv-2.\ veloc}}$	-0,30	1,492
$\mathbf{b_{T.\ Pv-1}}$	-0,025	0,570	$\mathbf{b_{T.\ Pv-1.\ Pv-2.\ veloc}}$	-0,03	0,987
$\mathbf{b_{T.\ Pv-2}}$	-0,21	1,270	$\mathbf{b_{T.\ Pv-1.\ Pv-2.\ veloc}}$	-0,04	0,895
t_{tab} = 1,28					

Los valores modulares de t de student calculados que son inferiores al valor t de student tabulado son considerados no significativos, por lo que son excluidos de la ecuación.

La adecuación de la ecuación de regresión se determina por la dispersión de adecuación de cada uno de los puntos del plano de investigación y comparando con el valor del criterio de Fisher, se obtiene que la dispersión de adecuación es:

S^2_{adec} = 0,0002 y el valor del criterio de Fisher calculado por la expresión es 2,01614E-7 y el Fisher tabulado es 2,74.

Como el F_{cal} es menor que el F_{tab}, el modelo es adecuado al objeto investigado en los parámetros de estudio, lo que corrobora que el coeficiente de correlación del azufre en el proceso de sinterización y las demás variables independientes es R = 1.

Partiendo de este criterio se obtiene el modelo de regresión para el azufre en el proceso de sinterización es:

$\mathbf{Y_S}$= 0,003. P_{v-1} + 0,002. P_{v-2} -0,017. veloc· P_{v-1} +0,30· P_{v-2}. veloc

Según el modelo obtenido para el rango de parámetros estudiados, el comportamiento del azufre media es de 0,045 %.

El modelo de regresión para el azufre, los efectos b_{Pv-1}; b_{Pv-2}; $b_{Veloc.Pv-1}$; $b_{Pv-1.\ veloc}$; $b_{Pv-2.\ veloc}$ miden la incidencia de cada factor en el contenido de azufre del producto sínter fino de retorno del proceso de sinterización. El tratamiento que provoca un mayor cambio de las concentraciones de azufre, es la variación de la presión de vacío (P_{v-1}) a valores de -1,8 kPa a -2,5 kPa, el valor b_{Pv-1}= 0,003 indica que el contenido disminuye en esa cantidad al variar el vacío en ese rango, en orden decreciente el segundo parámetro que más influye es la presión de vacío b_{Pv-2} con un valor de = 0,002, en cuanto a las combinaciones de cada variable estudiada se encuentra las influencia de la velocidad y la presión de vacío 2 con valor de $b_{Pv-2.\ veloc}$ = 0,30 respectivamente, aunque su efecto es mayor que en los casos anteriores. Por lo que para garantizar la calidad preventiva en el proceso de sinterización, es necesario realizar los principales ajustes en la presión de vacío tanto en la zona de

combustión - sinterización como en la zona de enfriamiento, no descuidar un incremento de velocidad sin el debido incremento en el vacío.

En la tabla 3.11 se muestra el valor del criterio de Cochran calculado y el tabulado, el cual se emplea para determinar la homogeneidad de los valores de las filas de las pruebas realizadas para la muestra de control S-4.

Tabla 3.11 Dispersión por filas para el carbón

No	Dispersión S_i^2	Cochran G	No	Dispersión S_i^2	Cochran G	No	Dispersión S_i^2	Cochran G
1	0.52	0,05	**6**	0,48	0,28	**11**	0,59	0,27
2	0,59	0,06	**7**	0,25	0,12	**12**	0,75	0,34
3	0,62	0,31	**8**	0,32	0,18	**13**	0,42	0,20
4	0,82	0,24	**9**	0,39	0,22	**14**	0,51	024
5	0,75	0,31	**10**	0,42	0,18	**15**	0,49	0,20
						16	0,39	0,19
ΣS_i^2 = 5,05								

En la tabla 3.12 se expone el valor del criterio de Cochran para las pruebas realizadas es menor que el valor tabulado, por lo que es posible plantear que hay una homogeneidad entre los valores de las diferentes filas que muestran las pruebas.

Tabla 3.12 Criterio de Cochran calculado y tabulado para el carbón

Cochran calculado	Cochran tabulado
0,111	0,436

Partiendo de los resultados del criterio de Cochran para el carbón en la muestra S-4 se determina la dispersión de reproducibilidad y el error de reproducibilidad, los que se emplean para calcular el valor del criterio t de student de las pruebas y comparar con el tabulado. Los valores se muestran en la tabla 3.13 para el carbón.

Tabla 3.13 Dispersión y error de reproducibilidad para el carbón

Dispersión de reproducibilidad, S_y^2	Error de reproducibilidad, S_y	t_{cal}	t_{tab}
0,140	0,374	2,679	2,353

En el caso de estudio el valor calculado es mayor que el tabulado, por lo que el modelo es reproducible.

Luego del estudio de la representatividad de la información se llegó al modelo estadístico de regresión para el carbón:

Y_C=1,05 + T·0,892 – 1,15·veloc + 1,34· P_{v-1} + 1,08P_{v-2}·veloc+0,48·T·veloc-0,37·T· P_{v-1} -0,23·T· P_{v-2}-1,05.veloc·P_{v-1} +0,17.veloc·P_{v-2}-0,02· P_{v-1}. veloc-0,57· P_{v-2}.*veloc*+0,15 ·T· P_{v-1}.·veloc -0,08·T· P_{v-2}. veloc+0,02 T P_{v-1}.P_{v-2}. veloc +1,02 T· Pv-1 ·Pv-2.*veloc*

El control estadístico del significado de los coeficientes de la ecuación de regresión por medio de la comparación de los valores del criterio de la t de student calculada con el valor tabulado.

Resultó ser el error de la prueba S_p = 0,26

En la tabla 3.14 se muestra cada coeficiente de la ecuación de regresión con su respectiva t de student calculada y la t de student tabulada.

Tabla 3.14 Significación de los coeficientes de la ecuación de regresión para el carbón.

Coeficientes	Valor	t_{calc}	Coeficientes	Valor	t_{calc}
b_0	1,05	4,038	$b_{veloc.Pv-1}$	-1,05	4,038
b_T	0,892	3,430	$b_{veloc.Pv-2}$	0,17	0,654
b_{veloc}	-1,15	4,423	$b_{Pv-1.veloc}$	-0,02	0,077
b_{Pv-1}	1,34	5,154	$b_{Pv-2 \cdot veloc}$	-0,57	2,192
b_{Pv-2}	1,08	4,154	$b_{T\ Pv-1.veloc}$	0,15	0,577
$b_{T.veloc}$	0,48	1,846	$b_{T.Pv-2.veloc}$	-0,08	0,308
$b_{T.Pv-1}$	-0,37	1,423	$b_{T.Pv-1.Pv-2.veloc}$	0,02	0,077
$b_{T.Pv-2}$	-0,23	0,885	$b_{T.Pv-1.Pv-2.veloc}$	-1,02	3,923
t tab 2,353					

Los valores modulares de t de student calculados que son inferiores al valor t de student tabulado son considerados no significativos, por lo que son excluidos de la ecuación.

La adecuación de la ecuación de regresión se determina por la dispersión de adecuación de cada uno de los puntos del plano de investigación y comparando con el valor del criterio de Fisher, se obtiene que la dispersión de adecuación es:

S^2_{adec} = 0,001 y el valor del criterio de Fisher calculado por la expresión es 7,1424 E-4 y el Fisher tabulado es 3,01.

Como el F_{cal} es menor que el F_{tab}, el modelo es adecuado al objeto investigado en los parámetros de estudio, lo que corrobora que el coeficiente de correlación del carbón y las demás variables independientes es R = 1.

Partiendo de este criterio se obtiene el modelo de regresión para el carbón en el proceso de sinterización es:

Yc= $1{,}05 + 0{,}892 \cdot T - 1{,}15.veloc - 1{,}05.veloc.P_{v-1} - 1{,}02 \cdot P_{v-1}.P_{v-2}.veloc$

Según el modelo obtenido para el rango de parámetros estudiados, el comportamiento del carbón media es de 1,85 %.

Los efectos b_T; b_{Veloc}; $b_{Veloc.Pv-1}$; $b_{Pv-1.Pv-2.veloc}$ miden la incidencia de cada factor en el contenido de carbón del producto sínter fino de retorno óxido de níquel sinterizado. El tratamiento que provoca un mayor cambio es variar la velocidad a valores de 500 rpm a 800 rpm, el valor b_{Veloc} indica que el contenido disminuye en esa cantidad al variar la velocidad en ese rango, en orden decreciente el segundo parámetro que más influye es la combinación de la velocidad, presión de vacío en 1 y 2 $b_{Pv-1.Pv-2.veloc}$ con un valor de = 1,02 y por último temperatura de combustión b_T a = 0,892. Por lo que, para verificar la calidad preventiva en el proceso de sinterización, es necesario realizar los principales ajustes en la velocidad, presión de vacío y temperatura de combustión tanto en al zona de combustión- sinterización como en la zona de enfriamiento, no descuidar la alteración de cualquiera de las variables independientes estudiadas y muy importante la temperatura de combustión.

Observando solo los efectos principales, las mejores condiciones para realizar el proceso es a valores de velocidad máxima a 800 rpm, altos valores de presión de vacío y temperatura por encima de 1050 ºC.

3.3. Influencia de los parámetros en el proceso de sinterización

En la figura 3.3 se muestra la curva de la influencia de la presión de vacío en el proceso de sinterización, la presión de vacío como una de las variables del proceso de aglomeración o sinterización del óxido de níquel de la tecnología carbonato amoniacal tiene una influencia indirectamente proporcional con respecto al contenido de carbón, es decir, con el incremento de la presión de vacío a valores de -3,2 kPa disminuye el porcentaje de carbón tanto en la muestra de control S-4 a valores promedio de 1,85 %.

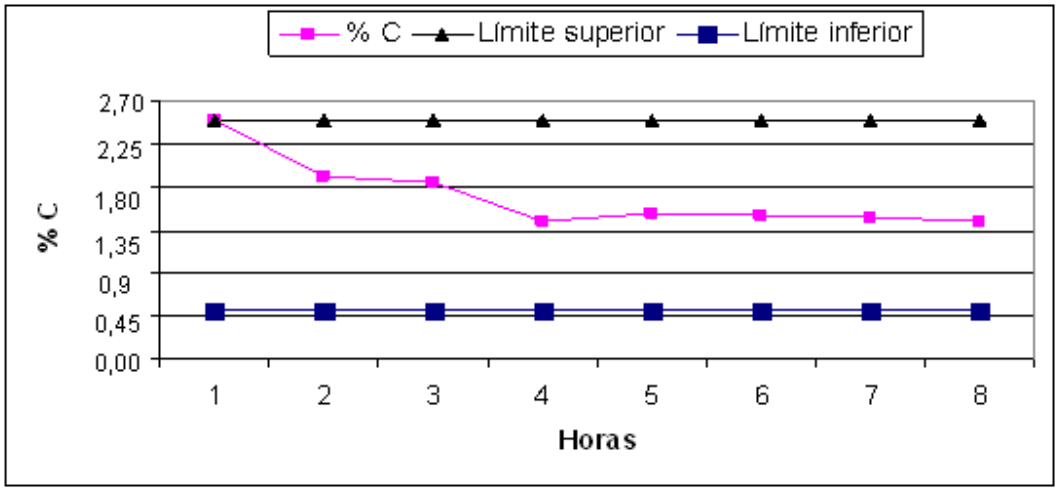

Figura 3.3. Comportamiento del porcentaje de carbón para la presión de estudio

La figura 3.4 muestra el comportamiento del azufre con respecto al tiempo, donde se observa que la presencia de la disminución del porcentaje azufre está sujeto a la variación de la presión de vacío a valores entre -2,5 kPa a -1,8 kPa como variable de estudio tiene una influencia directa sobre el azufre en el proceso de sinterización, es decir, mientras mayor sea la presión de vacío a valores por encima de -3,2 kPa menor es el porcentaje de azufre en la muestra S-3 y S-4.

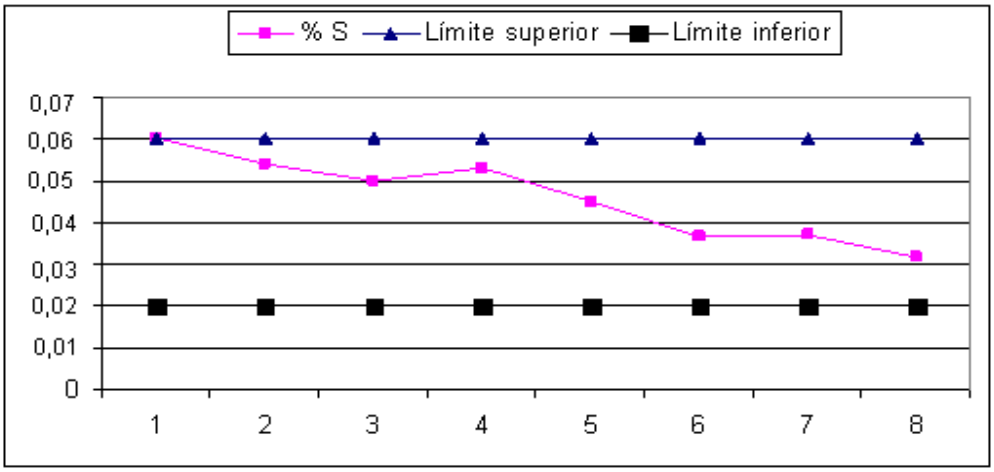

Figura 3.4. Comportamiento del porcentaje de azufre para la presión de estudio

Como se observan en las figuras de la investigación se evaluaron los contenidos de azufre y carbón para las presiones de vacío, corroborándose la importancia que tiene el control del paso del aire a través de la succión en cada zona sin obviar las demás variables independientes como la velocidad y la temperatura, elementos fundamentales para determinar la productividad de la máquina de sinterización y la calidad preventiva de los semiproductos como el fino de retorno controlado con la muestra S-4 y la mezcla compuesta controlada por la S-3, durante el desarrollo de la investigación se observó en el proceso de sinterización que la velocidad vertical de sinterización depende de las variables estudiadas: temperatura de combustión, velocidad de la máquina de sinterización y presión de vacío 1 y 2. Muestran con que velocidad se mueve la zona que quema en las capas del material que se está sinterizando. Conociendo la velocidad de sinterización se puede conocer o determinar la productividad de la máquina de sinterizar respecto a la mezcla y la velocidad de su desplazamiento, lo que indica que la velocidad de desplazamiento de la máquina debe estar estrictamente en correspondencia con la velocidad vertical de sinterización para lograr un proceso eficiente.

Por otra parte la velocidad vertical de sinterización es directamente proporcional a la velocidad del aire que se succiona a través de la capa de mezcla, por lo que la cantidad de aire succionado se determina por una serie de factores tales como:

- Penetrabilidad del gas en la mezcla inicial.
- Penetrabilidad del gas en las capas de la cama de material durante el proceso de sinterización.
- Estado en que se encuentra el sistema de succión, hermeticidad, y productiva de los ventiladores para lograr la presión de vacío necesaria en cada zona de la máquina de sinterización.

De no lograrse estas condiciones necesarias para una mejor efectividad en el proceso de aglomeración de la mezcla se dificulta la calidad en el proceso y como consecuencia el incremento de materiales de retornos tales como el semiproducto fino de retorno afectando directamente la productividad y la calidad de la materia prima con alteraciones en los parámetros de azufre y carbón repercutiendo en la

parte analítica y tecnológica del proceso. Para ello se deben de trazar estrategias para mejorar estos factores negativos y propios del proceso a través del muestreo intensivo en diferentes etapas.

3.4. Análisis comparativo para las muestras de control S-3 y S-4

La muestra de control S-3 según la norma NEIB 26-03-10, quien rige los procedimientos, y requisitos para la toma de muestra y preparación de la misma indica que es una muestra compuesta, se toma 1 kg de mezcla como peso máximo aproximadamente, con un incremento de 0,125 kg por hora, luego esta se somete a varias etapas de preparación para la determinación del carbón y azufre. A continuación presentaran los resultados antes de la investigación y después de la investigación teniendo presente los parámetros de operación de la máquina de sinterización y los cálculos de los parámetros nuevos de muestreo.

En la tabla 3.15 se exponen los valores medio de las variables estudiadas presión de vacío 1 y 2, velocidad de desplazamiento y temperatura de combustión, con el objetivo de realizar el análisis comparativo del comportamiento de las muestras de control S-3 y S-4.

Tabla 3.15. Parámetros de operaciones para la verificación de representatividad del muestreo

T ºC	Velocidad (rpm)	P vacío 1 (kPa)	P vacío 2 (kPa)
1050	650	-2,15	-2,6

En la tabla 3.16 se exponen, el porcentaje mínimo y máximo de azufre y carbón en la mezcla que se alimenta a la máquina de sinterización.

Tabla 3.16. Normas de azufre y carbón S-3

Contenidos	UM	Rango
Azufre	%	0,02 a 0,06
Carbón	%	4,5 a 7,0

En la tabla 3.17 se exponen, el porcentaje mínimo y máximo de azufre y carbón en el fino de retorno óxido de níquel sinterizado.

Tabla 3.17. Normas de azufre y carbón S-3

Contenidos	UM	Rango
Azufre	%	0,02 a 0,06
Carbón	%	0,5 a 2,5

La tabla 3.18 muestra los parámetros de calidad de la mezcla alimentada a la máquina de sinterización, los porcentaje se determinaron por la metodología descrita en el capitulo 2, epígrafe 2.5.

Tabla 3.18. Parámetros de operación de la mezcla alimentada a la máquina de sinterización

Horas	% NiO	% Fino	% C
1	32	62	6,3
2	31	63	6,4
3	32	62	6,3
4	33	64	6,3
5	30	64	6,3
6	29	65	6,5
7	32	62	6,5
8	31	63	6,4
9	34	59	6,7
10	31	63	6,5
11	35	59	6,4
12	32	62	6,5

En la figura 3.4 se muestra la curva de la influencia del porcentaje de azufre, para una muestra no representativa según los análisis comparativos en los procedimientos y la norma NEIB 26-03-10, para valores de presión de vacío y temperatura óptima.

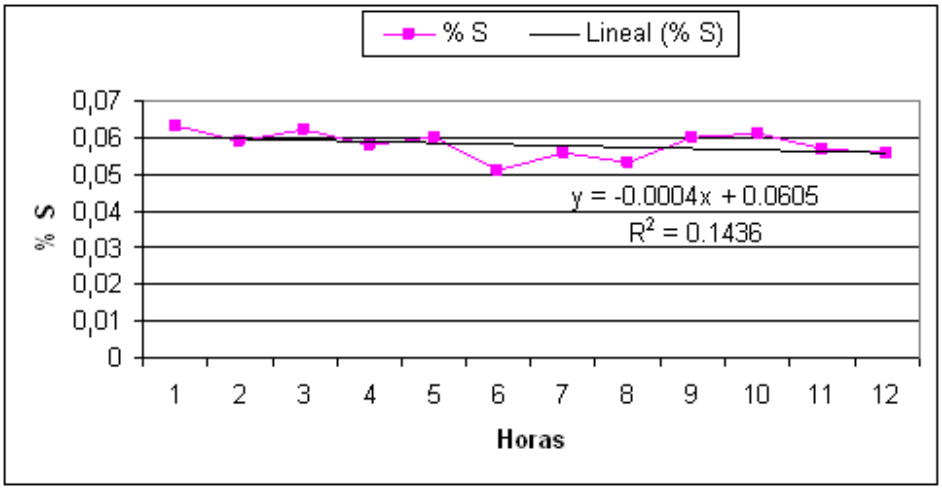

Figura 3.4. Comportamiento del porcentaje de azufre según norma NEIB 26-03-10 para 1 kg de muestra S-3

Como regularidad de la curva se observa que tanto la temperatura, presión de vacío 1 y 2, así como velocidad de desplazamiento difieren sobre la respuesta del porcentaje de azufre, el valor del coeficiente de regresión R, se encuentra relativamente bajo, demostrándose posible deficiencia en la población muestreada.

En la figura 3.5 se muestra la curva de la influencia del porcentaje de carbón, para una muestra no representativa según los análisis comparativos en los procedimientos y la norma NEIB 26-03-10, para los valores de las variables estudiadas.

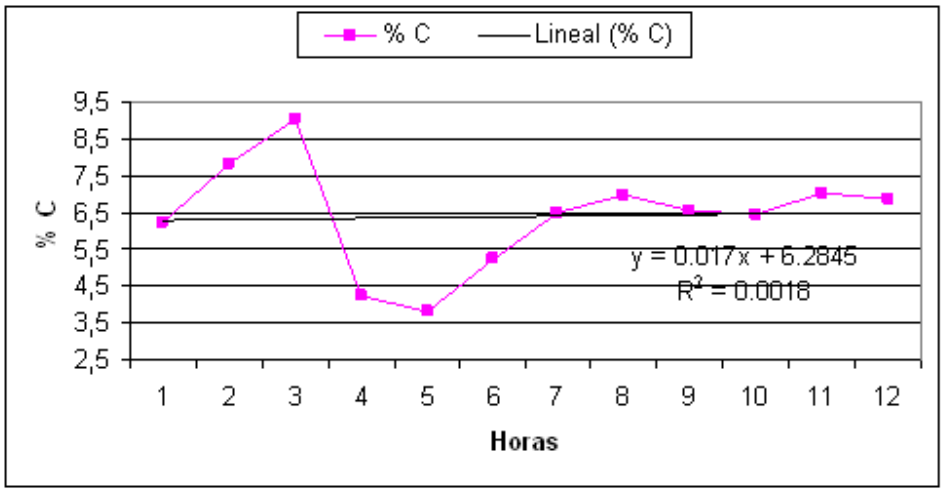

Figura 3.5. Comportamiento del porcentaje de carbón según norma NEIB 26-03-10 para 1 kg de muestra S-3

La figura 3.5 muestra la curva del porcentaje de carbón con respecto al tiempo, para condiciones de presión, velocidad y temperatura, se observa que el porcentaje de carbón tiene comportamientos erráticos evidenciándose la influencia directa del tamaño de muestra, es decir, el comportamiento para determinar una estabilidad para este caso depende de las estrategia del muestreo a la hora de realizar un análisis de los flujos y tamaño granulométrico necesarios para determinar el tamaño de la muestra necesaria.

En la figura 3.6 se muestra la curva de influencia del porcentaje de azufre en función del tiempo, bajos parámetros de operaciones estables en cuanto a presión de vacío 1y 2, temperatura de combustión y velocidad de desplazamiento.

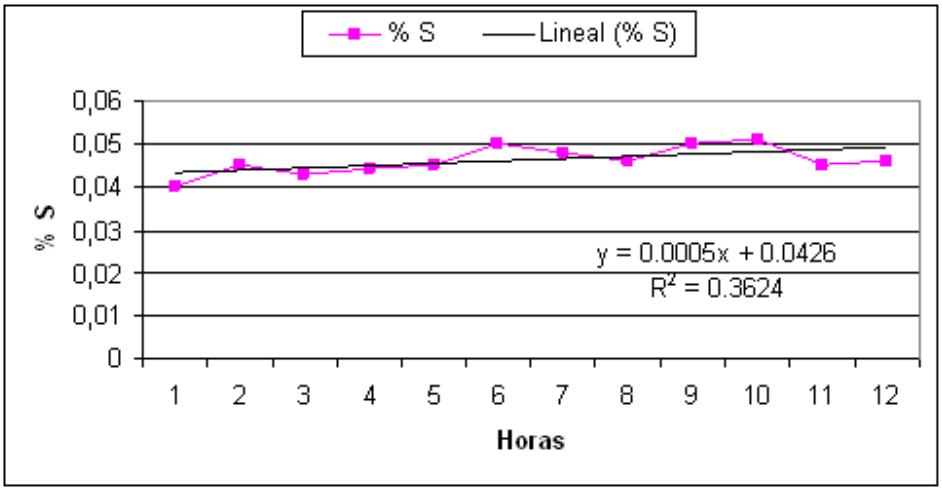

Figura 3.6. Comportamiento del porcentaje de azufre para los cálculos realizados en al investigación para 6,563 kg S-3

Según se puede observar, la cantidad de muestra necesaria influye positivamente sobre el sistema comportándose indirectamente proporcional, es decir, a medida que aumenta la cantidad de muestra necesaria, el azufre tiende a mantener o a disminuir a valores muy por debajo de la norma, siempre que exista una variación en los flujos de mezcla o cambio de tamaño en la granulometría.

En la figura 3.7 se muestra la curva de influencia del porcentaje de carbón en función del tiempo para condiciones de trabajo estables, para un comportamiento del porcentaje de carbón, como regularidad de esta curva los cálculos realizados en la investigación para 6,563 kg de mezcla alimentada a la maquina de sinterización muestra S-3, indica como los parámetros dependen de la masa minima necesaria para determinar el contenido de carbón.

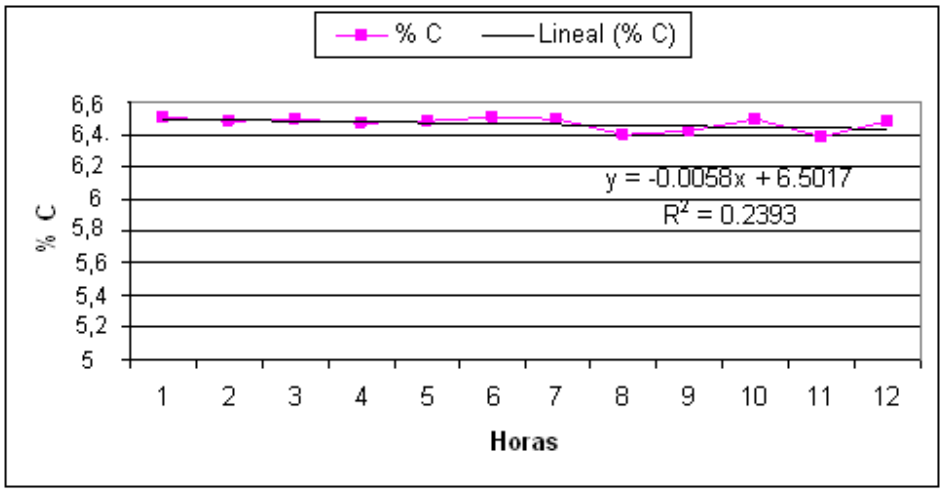

Figura 3.7. Comportamiento del porcentaje de carbón para los cálculos realizados en la investigación para 6,563 kg S-3

Se observa como regularidad en estas curvas para las figuras 3.4 y 3.5, el comportamiento inestable de los contenidos de azufre y carbón tiene gran dependencia de una norma que no tiene en cuenta los cambios de flujo o cambios en la granulometría, también como irregularidad se puede observar en los gráficos 3.6 y 3.7, que el incremento de la masa a muestrear da como resultado una mejor tendencia y estabilidad, ser más estables los elementos de azufre y carbón, también explicar que los parámetros de estudio tienen un aporte significativo de proporcionalidad, para los elementos azufre y carbón su tendencia fue a disminuir con las variables temperatura, presión de vacío 1 y 2 y velocidad, si se incrementa especialmente las presiones de vacío.

La muestra preventiva para determinar el azufre y el carbón en la muestra de control S-4, es una muestra dinámica y al igual que la S-3 define los parámetros de calidad del producto final óxido de níquel sinterizado y con ellos los parámetros tecnológicos de operación de la máquina de sinterización. A continuación se muestran dos etapas evolutivas del muestreo antes del cálculo de la masa necesaria a muestrear y después de ser recalculada

En la figura 3.8 se observa el comportamiento del elemento azufre en función del tiempo, como regularidad se observan resultados en saltos muy erráticos del porcentaje de azufre en la muestra S-4.

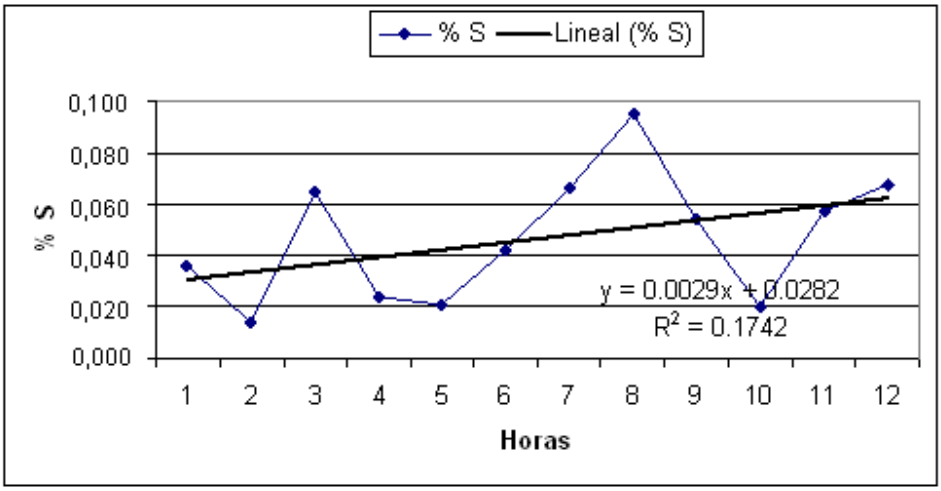

Figura 3.8. Comportamiento del porcentaje de azufre según norma NEIB 26-03-11.Para 0,250 kg para S-4

Según se puede ver en la figura, 3.8 como regularidad, para las presiones de vacío por encima de -2,5 kPa, para la temperatura de 1050 ºC y velocidad promedio de 600 rpm, el porcentaje de azufre tiende a ser muy inestable y con tendencia a valores por encima de 0,06 %, el cual es muy perjudicial para el producto final.

En la figura 3.9 se muestra la curva de influencia del porcentaje de carbón en función del tiempo, para las condiciones de operaciones normales.

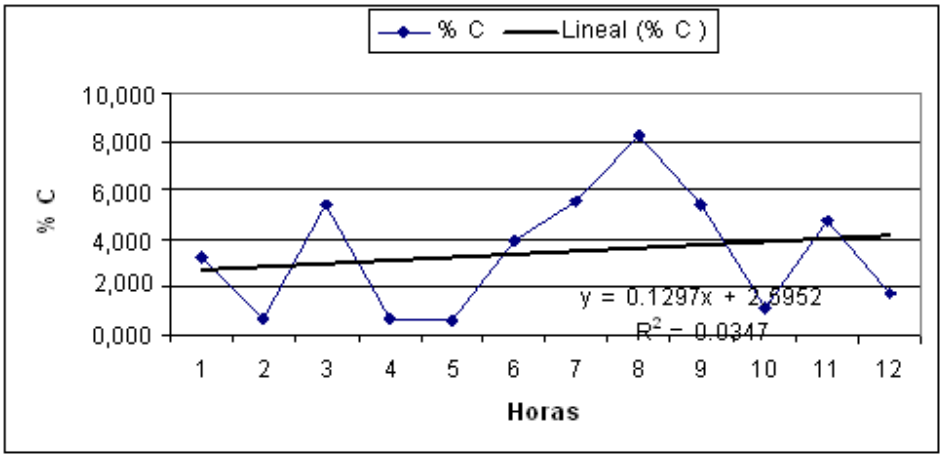

Figura 3.9. Comportamiento del porcentaje de carbón según norma NEIB 26-03-11, para 0,250 kg de muestra

Según se observa en la figura 3.9 como regularidad en estas curvas es que tanto para las presiones de vacío por encima de -2,5 kPa, como para temperatura de 1050 ºC y velocidad promedio de 600 rpm el porcentaje de carbón tiende a ser muy inestable y con tendencia a valores por encima de 2,5 % el cual es muy perjudicial para el producto final.

El la figura 3.10 se observa el comportamiento del azufre en función del tiempo, en esta curva se puede apreciar la tendencia a una estabilidad de esta variable de estudio.

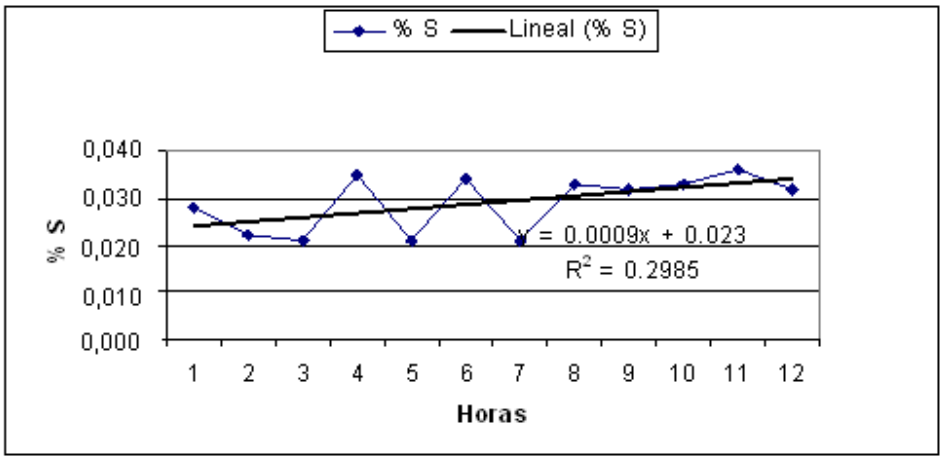

Figura 3.10. Comportamiento del porcentaje de azufre para los cálculos realizados en la investigación para 8,395 kg

Según se observa como regularidad la tendencia del azufre por el incremento de la masa mínima necesaria para ser muestreada, es a mantenerse por debajo de valores de 0,04%, la investigación mostró que las variables tecnológicas estudiadas se encuentran dentro de los parámetros de estudio para estas condiciones, corroborando la influencia de las presiones de vacío, la temperatura de combustión y la velocidad de desplazamiento.

.En la figura 3.11, como regularidad del proceso se observa la influencia de las variables de estudio en función del tiempo, los valores de carbón son más estables para un número mayor de muestra.

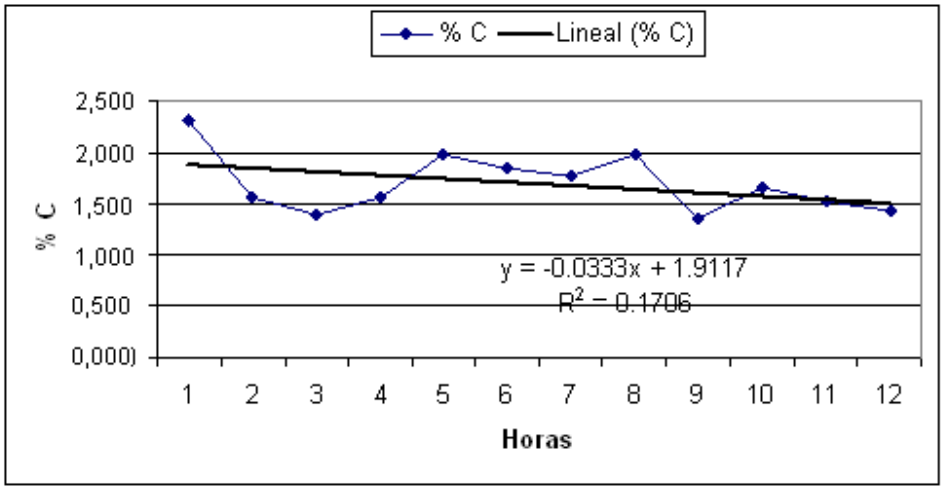

Figura 3.11. Comportamiento del porcentaje de carbón para los cálculos realizados en la investigación para 8,395 kg

Según se puede observar en las curvas para las figuras 3.8 y 3.9, el comportamiento inestable de los contenidos de azufre y carbón tienen gran dependencia de una norma que no tiene en cuenta los cambios de flujo o cambios en la granulometría, para condiciones de operaciones de presión de vacío entre – 1,8 kPa a 3,2 kPa, temperatura de 1050 ºC a 1150 ºC y velocidad de desplazamiento entre 500 rpm y 700 rpm, también se puede observar en las Figuras 3.10 y 3.11, que el incremento de la masa a muestrear da como resultado una mejor tendencia y estabilidad con el elemento carbón, también resultó que los parámetros de estudios tienen aportes significativos de proporcionalidad, para los elementos azufre y carbón para este caso

su tendencia fue a disminuir con el aumento de las variables temperatura, presión de vacío y velocidad.

3.5. Evaluación económica

Partiendo de los beneficios del cálculo en la representatividad del muestreo para las muestras de control preventivas S-3 y S-4, en la aplicación de una nueva filosofía de operación en función de las necesidades de la corrección de parámetros preventivos de calidad, analítico, y tecnológico se toma como base de cálculo el consumo de

0, 062 t diesel y 0,563 t de carbón antracita.

En primer lugar se analiza lo que repercute un producto fuera de especificación por alto azufre o carbón, para este caso una tonelada de sínter producido tiene un costo aproximado de 18 USD. Considerando que el muestreo preventivo de las muestras S-3 y S-4 para determinar azufre y carbón no detectó la presencia de estos parámetros fuera de especificaciones entonces, se ocurrirían en gastos por conceptos de materiales directos e indirectos.

Entonces para determinar el costo por deficiencia en el muestreo preventivo en la investigación se estimó:

Costo de 1 t de Óxido de níquel sinterizado 18 USD.

Costo de 1 t de diesel 614,38 USD.

Costo de 1 t de carbón antracita 310,92 USD.

Costo de1 KW 104,63 USD.

Costo salario de un operador de envase $265

Costo salario de un operador máquina de sinterización $295

Considerando una tonelada de óxido de níquel sinterizado fuera de especificaciones por deficiencia en el control preventivo de la calidad de las muestras S-3 y S-4, los costo de una tonelada ascienden a 333, 128 USD.

Conclusiones del capítulo

1. Durante la investigación se demostró que el mayor cambio de las concentraciones de azufre es variar la presión de vacío (P_{v-1}) valores de -1,8 kPa a -2,5 kPa, el valor b_{Pv-1}= 0,003 indica que el contenido disminuye en esa cantidad al variar el vacío en ese rango. Partiendo de este criterio se obtiene el modelo de regresión para el azufre en el proceso de sinterización:

$$\mathbf{Y_S}= 0{,}003.P_{v-1} + 0{,}002.P_{v-2} -0{,}017.veloc.P_{v-1} +0{,}30.P_{v-2}.veloc$$

2. Los efectos b_T; b_{veloc}; $b_{veloc.Pv-1}$; $b_{Pv-1.Pv-2.veloc}$ miden la incidencia de cada factor en el contenido de carbón del producto sínter fino de retorno, el tratamiento que provoca un mayor cambio es variar la velocidad a valores de 500 rpm a 800 rpm, el valor b_{Veloc} indica que el contenido disminuye en esa cantidad al variar la velocidad en ese rango Partiendo de este criterio se obtiene el modelo de regresión para el carbón en el proceso de sinterización:

$$\mathbf{Yc}= 1{,}05 + 0{,}892.T–1{,}15.veloc- 1{,}05.veloc.P_{v-1}- 1{,}02.P_{v-1}.Pv_{-2}.veloc$$

3. En la investigación se determinó que el tamaño de la masa mínima de la muestra de control S-3 para que sea representativa tiene que estar aproximadamente en 6,68 kg, con una frecuencia cada 2 horas.
4. En la investigación se determinó que el tamaño de la masa mínima para la muestra de control S-4 para que sea representativa tiene que estar aproximadamente en 8,52 kg, con una frecuencia cada 2 horas.
5. Los costos económicos por conceptos de falta de representatividad en las muestras preventivas S-3 y S-4 para una tonelada es de 333,128 USD.

Conclusiones

1. Durante la investigación se demostró que la masa mínima a muestrear para tener una representatividad del azufre y carbón en la mezcla que se alimenta a la máquina de sinterización para los análisis químicos, debe ser, para la muestra S-3 de 6,68 kg, y para la muestra S-4 de 8,52 kg los cuales quedan determinados por el flujo y el tamaño máximo de las fracciones granulométricas analizadas.
2. En las condiciones prefijadas, es posible dirigir las operaciones del proceso en función de los resultados analíticos del muestreo. Para temperatura de combustión entre 1050 ºC y 1150 ºC, presión de vacío entre -1,8 kPa y 3,2 kPa y velocidad de desplazamiento entre 500 rpm y 800 rpm.
3. Se obtuvo el modelo estadístico – matemático que se adecua al rango de parámetros seleccionados para el proceso de sinterización.

Recomendaciones

- Investigar la influencia de otros factores en el proceso de sinterización.
- Utilizar los métodos de muestreos y herramientas empleado en la investigación, así como, el comportamiento de los parámetros durante el proceso de sinterización, como referencia en futuros trabajos investigativos.

BIBLIOGRAFÍA

1- Arly, D. & Jacobsa, Ch. 1993. Introducción a la investigación pedagógica.

2- Ballester, A. & González, G. 1987. Sinterización de materias prima metálicas no ferrosa.

3- Bangaroon, D., Francois & Pierre, Gy, 1999. El error más común en la aplicación de la fórmula de Gy en la teoría del muestreo de minerales. En minerales (Instituto de ingenieros de minas de chile) volumen 54, no 229.

4- Bangaroon, D. & Francois, Gys, 2004. Formula: conclusion of a new phase of Research.

5- Bernal, H. 1989. Dirección de la calidad de las menas extraídas en los yacimientos lateríticos. Tesis en opción al grado de Doctor. Universidad Minera de San Petersburgo, Rusia.

6- Bernal, H. 1997. Dirección Orientada de los procesos a los indicadores variables de Calidad de la materia mineral en hornos de reducción de la ECG, CIL.

7- Bernal, H. & Hernández, A. 1997. Influencias de las oscilaciones de la calidad sobre la eficiencia de los trabajos en los hornos de reducción de la ECG. Moa, CIL.

8- Bernal, H.1997. Determinación de las propiedades de homogeneidad de las menas abastecidas por la mina al proceso metalúrgico de la ECG, Moa, CIL,

9- Bernal, H, S, 2006, Metodología para la toma de la muestra L-9 en la ECG, Moa, CEINNIQ.

10- Bocanegra, M. 1988. Tesis Master, Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales, Universidad de Navarra, San Sebastián, España.

11- Bocanegra, M.2001. Sinterización de polvos de óxido de magnesio precipitado de agua de mar: efectos del estado de aglomeración sobre la microestructura. Centro de Investigación en Materiales Avanzados, CIMAV División de

Materiales Cerámicos y Beneficio de Minerales Miguel de Cervantes # 120 Complejo Industrial Chihuahua 31109 Chihuahua, Chihuahua. México.

12- Bris, J. 2006. Tesis para optar al grado de doctor por la universidad de catalunya, Barcelona, España.

13- Fernández, M. 1997. Determinación Espectrofotometría simultáneo de contenido de níquel y cobalto en el producto final de la empresa “Cmdte Pedro Sotto Alba” Trabajo de Diploma. Universidad de Moa ISMM, Facultad Metalurgia – Electromecánica.

14- Francis, F. & Pitard. "Pierre Gy's, s/a, Sampling Theory and Sampling Practice", 2nd Edition. Autor: Prof., International Sampling Consultant.

15- Grupo de Estudio Internacional del Níquel (International Nickel Study Group, INSG) Sep. de 2011.

16- Majendié, C. et al. 2011. Evaluación y/o rediseño del muestreo de la pulpa de mineral reducido (Muestra HR-4). Etapa 02. Propuesta de un diseño mejorado de la Muestra HR-4. SCT 300047, CEDINIQ.

17- Majendié, C., Espinosa, F. & Jiménez, B. 2009. Evaluación y/o rediseño del muestreo de la pulpa de mineral reducido (Muestra HR-4). Etapa 01. Revisión bibliográfica. Estrategia de investigación. SCT 300047, CEDINIQ.

18- NC 92-19 1978. Control de la Calidad. Muestreo de sólidos.

19- NC ISO 2859 -0:2000. Procedimientos de muestreo para la inspección por atributos Parte 0: Introducción al sistema de muestreo por atributos.

20- NC ISO 2859 -1:2003. Procedimientos de muestreo para la inspección por atributos Parte 1: Esquemas de muestreo indexado por el nivel de calidad aceptable (NCA) para la inspección lote a lote.

21- NC ISO 2859 -2:2003. Procedimientos de muestreo para la inspección por atributos Parte 2: Planes de muestreo indexados por la calidad límite (CL) para la inspección de un lote aislado.

22- NC ISO 2859 - 3:2003. Procedimientos de muestreo para la inspección por atributos Parte 3: Procedimientos de muestreo para lotes salteados.

23- Ramón, E; Peña, A; Sam, C, M, Majendié R, P; Cemitiere, B, R; Laborí, P, N, 2007, Determinación de las causas de degradación del óxido de níquel. diagnóstico estadístico multivariado. CEINIQ

24- . Perry, R. 1992. Manual del ingeniero químico, México. Mc Graw Hill.

25- Pulido, G. 1997. Calidad total y productiva, España, Mc Graw Hill.

26- Proyecto 600149, 2012 Perfeccionamiento del sistema de muestreo de la ECECG. CEDINIQ.

27- Schatt, W. & Wieterrs, K. 1997. Powder Metallirgy Stainless: Processing Microstrutures. European Powder Metallurgy.

28- Spiegel, M. & McGraw-Hill, 1990. *Estadística*, Madrid, España.

29- 265- MOP- 2009, Manual de operaciones Unidad básica de calcinación y sínter, Empresa Comandante Ernesto Che Guevara, Moa, Cuba.

ANEXOS

Tabla 3.19. Distribución granulométrica de la muestra S-3

Masa inicial (g)	Masa (g) + 12 mm	Masa (g) + 9,5 mm	Masa (g) + 8,0 mm	Masa (g + 6,36 mm	Masa (g) + 1,64 mm	Masa (g) +0,074 mm
554,890	23,340	16,000	113,450	178,760	132,450	90,890
625,430	10,430	3,560	89,090	176,680	145,670	200,000
1422,474	234,000	8,030	92,450	143,560	154,780	789,654
696,430	65,000	11,000	123,000	198,650	132,890	165,890
800,458	39,430	70,540	256,760	234,650	100,980	98,098
713,770	78,870	19,000	79,670	265,780	115,670	154,780
554,710	32,000	43,450	96,540	200,980	90,870	90,870
520,139	32,450	11,450	123,450	159,900	94,670	98,219
475,668	15,360	0,000	76,530	198,780	89,098	95,900
375,116	5,000	8,710	34,650	156,780	98,076	71,900
681,167	1,000	2,490	143,240	165,090	77,987	291,360
460,566	4,000	7,480	65,430	200,980	116,786	65,890
843,791	2,540	3,450	300,056	345,780	134,985	56,980
965,948	7,320	15,530	234,670	387,904	200,654	119,870
467,290	8,900	6,470	76,050	143,780	154,000	78,090
551,278	8,300	7,890	65,670	187,980	187,670	93,768
480,497	21,430	7,980	83,450	189,540	118,098	59,999
629,041	13,000	21,340	154,670	289,765	100,876	49,390
1278,048	54,320	28,080	456,670	398,876	194,432	145,670
928,081	1,000	8,000	176,500	298,056	245,760	198,765
665,647	23,560	24,560	278,890	198,650	100,000	39,987
510,147	2,340	4,540	123,870	130,987	132,740	115,670
613,194	5,010	1,099	198,450	243,765	100,870	64,000
591,890	27,270	11,430	198,450	167,980	92,000	94,760

Tabla 3.20. Distribución granulométrica de la muestra S-4

Masa inicial (g)	Masa (g) + 12 mm	Masa (g) + 9,5 mm	Masa (g) + 8,0 mm	Masa (g) + 6,36 mm	Masa (g) + 1,64 mm	Masa (g) +0,074 mm
526,590	22,670	15,880	115,020	165,370	113,730	93,920
557,860	11,440	2,830	83,960	152,600	133,470	193,550
1274,980	208,500	7,600	89,160	132,730	146,310	681,260
628,030	53,190	10,630	101,400	180,970	129,060	145,860
755,350	44,760	66,460	243,830	222,040	93,420	84,830
664,760	79,030	8,150	74,640	235,350	116,540	141,120
458,670	0,000	22,260	94,050	166,450	87,330	81,190
492,000	29,640	12,630	111,460	162,610	84,710	90,450
428,050	5,120	0,000	61,110	183,810	96,000	81,900
354,100	5,810	8,710	36,920	149,160	88,900	63,790
662,000	0,000	0,000	134,620	150,150	85,860	291,360
442,880	9,060	6,100	67,080	181,560	114,330	64,500
729,360	3,090	2,680	241,330	332,590	108,880	40,790
921,590	8,150	18,440	227,380	369,210	186,280	109,220
448,030	9,010	5,090	67,700	162,860	126,460	76,000
502,370	8,300	5,150	50,980	171,920	175,030	89,290
451,240	19,100	7,790	71,640	175,290	115,230	61,250
599,800	11,590	19,290	133,720	277,760	106,360	51,110
1196,390	55,630	23,240	411,120	369,060	178,740	150,500
916,460	0,000	6,720	165,310	287,260	237,530	217,380
644,480	20,280	19,730	285,160	184,170	90,520	40,360
485,320	0,000	3,290	105,540	128,680	128,090	119,010
560,200	0,000	0,000	184,920	218,280	98,420	56,310
544,480	27,270	9,830	172,970	155,680	87,050	89,720