

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1647-80**

**CARBON. DETERMINACION DE
MATERIA VOLATIL.**



TRAMITE: COMISION XIV "CARBON"

Coordinadores: Dra. Angélica Delgado
Ing. Martha Lippke

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

CICASI

Adolf King
Wilma Rodríguez

CARBOZULIA

Gerardo Prudhomme

INMETAL

Angélica Delgado
Patrick Haage

MINISTERIO DE ENERGIA Y NINAS

César Gutierrez

CAMINA

Vicente Novillo

D.N.C.C.

Martha Lippke

DISCUSION PUBLICA: Fecha de envío: 22-09-80

Duración : 45 días

FECHA DE APROBACION POR LA COMISION: 24-11-80

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 09-12-80

NORMA VENEZOLANA
CARBON. DETERMINACION DE LA MATERIA
VOLATIL

COVENIN
1647-80

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 1669-80	Carbón. Vocabulario
COVENIN XIV-002	Carbón. Clasificación
COVENIN XIV-003	Carbón. Toma de muestras
COVENIN XIV-009	Carbón. Preparación de muestras
COVENIN XIV-007	Carbón. Determinación de Humedad
COVENIN XIV-008	Carbón. Análisis inmediatos y elementales. Expresión de resultados en diferentes bases.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

- 2.1 Esta norma establece el método de ensayo para la determinación de la materia volátil de carbón y coque bajo condiciones determinadas y convencionales.
- 2.2 Esta norma no se aplica a las turbas y lignitos.

3 DEFINICIONES

- 3.1 Los términos contenidos en esta norma se encuentran definidos en la Norma Venezolana COVENIN 1669.
- 3.2 MATERIA VOLATIL (M.V.)
Es la pérdida de masa expresada en porcentaje, obtenida luego del calentamiento de la muestra bajo condiciones normalizadas, haciendo abstracción de la pérdida de masa debido a la evaporación del agua y a la transformación de las materias minerales.

4 RESUMEN DEL ENSAYO

Este método consiste en calentar la muestra hasta 900°C en ausencia de aire, durante siete (7) minutos. Se expresa la materia volátil en porcentaje en peso, a partir de la pérdida de peso debido a la evapora

ción del agua y, eventualmente, a la transformación de las materias minerales.

5 EQUIPO E INSTRUMENTOS

5.1 Horno eléctrico que pueda alcanzar una temperatura de $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ y mantenerla.

5.2 Crisol(es) de sílice fundida, cilíndrico y provisto de una tapa que permita un ajuste entre ésta y el crisol, de forma tal, que no existe una separación mayor de 0,5 mm entre ambos; puede ser de otro material refractario o platino, siempre y cuando, se obtengan los mismos resultados que con el recomendado anteriormente, dentro de los límites de tolerancia establecidos. Debe tener las siguientes dimensiones (Ver figura 1):

Diámetro: $28 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$

Altura: $37,5 \text{ mm} \pm 2,5 \text{ mm}$

Capacidad: $15 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$

5.3 Soporte de acero resistente al calor de dimensiones apropiadas y con capacidad para uno o más crisoles.

5.4 Balanza analítica con una precisión de 0,1 mg

5.5 Pirómetro y/o termocupla

5.6 Desecador

5.7 Pinzas para crisoles

5.8 Placa de acero o asbesto

6 REACTIVOS

6.1 Sílica gel u otro desecante adecuado

6.2 Benceno grado analítico

7 PREPARACION Y CONSERVACION DE LA MUESTRA PARA ENSAYO

La muestra de ensayo consiste en una porción de carbón o coque tomada según la Norma Venezolana COVENIN XIV - 003 y preparada según la Norma Venezolana COVENIN XIV - 009.

NOTA 1: En el caso de que la determinación se efectúe con miras a clasificar el carbón según la Norma Venezolana COVENIN XIV - 002 se ha ce necesario operar con una muestra que contenga un porcentaje de cenizas menor del 10%, en el caso contrario, el porcentaje de cenizas se puede reducir, por deemineralización o por lavado.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Se toma una porción de la muestra y se le determina el porcentaje de humedad según la Norma Venezolana COVENIN XIV - 007

8.2 Se introduce el soporte con el crisol(es) vacío y su tapa(s) en el horno, previamente calentado a $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$

8.3 Se espera siete (7) minutos exactamente y se saca del horno el soporte con el crisol(es) vacío con su tapa(s)

8.4 Se coloca el crisol(es) sobre una placa de acero o asbeeto, al aire libre y se deja enfriar durante dos (2) minutos

8.5 Se introduce el crisol(es) en un desecador, situado al lado de la balanza y se deja enfriar durante cuarenta y cinco (45) minutos

8.6 Se pesa el crisol(es) con su tapa y se repite el proceso de calentamiento y pesada, hasta que se alcance peso constante.

8.7 Se pesa aproximadamente 1g de la muestra con precisión de 0,1 mg en el mismo crisol(es)

8.8 Se golpea levemente el crisol(es) contra una superficie dura y limpia para que la muestra se distribuya en forma de capa uniforme sobre el fondo del crisol y se le coloca su tapa

8.8.1 Si la muestra es coque se le añaden de 2 a 4 gotas de benceno

8.9 Se coloca el crisol(es) sobre el soporte. En el caso de que queden espacios vacíos en el soporte, se colocan en ellos crisoles vacíos

8.10 Se introduce el soporte con el crisol(es) dentro del horno, al cual se ha mantenido a una temperatura de $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$.

8.11 Se espera siete (7) minutos exactamente y se saca del horno el soporte

8.12 Se espera que el crisol(es) se enfríe y se pesa según el mismo procedimiento descrito para el crisol(es) vacío dándose por terminado

el ensayo.

NOTA 2: Las materias minerales contenidas en la muestra que se analiza pueden desprender durante el calentamiento dióxido de carbono si son carbonatadas o bien agua de cristalización, en ambos casos esto se toma como materia volátil.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 La pérdida de peso se calcula de la siguiente forma:

pérdida de peso en % = $\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$

Donde:

m_1 = peso del crisol con tapa

m_2 = peso del crisol con tapa y muestra antes de calentar

m_3 = peso del crisol con tapa y muestra, después de calentar

9.2 La materia volátil (Nota 3) se calcula de la siguiente forma:

% M.V. = % de pérdida de peso - % de humedad

NOTA 3: Para expresar los resultados en otra base consultar la Norma Venezolana COVENIN XIV - 008

9.3 PRECISION

9.3.1 **Repetibilidad:** la diferencia máxima aceptable entre los resultados de dos determinaciones efectuadas de manera independiente en un mismo laboratorio, por la misma persona, utilizando el mismo equipo, sobre dos porciones representativas tomadas de una misma muestra, luego de la etapa final de reducción, no debe ser mayor del valor citado en la tabla 1

9.3.2 **Reproducibilidad:** la diferencia máxima aceptable del promedio de los resultados de dos determinaciones efectuadas en dos laboratorios diferentes sobre porciones representativas tomadas de una misma muestra, luego de la etapa final de reducción no debe ser mayor del valor citado en la tabla 1.

TABLA 1 - Diferencias máximas aceptadas entre resultados, expresadas en porcentajes

Materia Volátil	Repetibilidad	Reproducibilidad
Carbón Menor o igual al 10 %	$\pm 0,3 \%$	$\pm 0,5 \%$
Carbón Mayor de 10 %	3 % del resultado promedio	$\pm 0,5 \%$ ó 4 % del resultado promedio, se escoge el mayor valor
Coque	$\pm 0,2 \%$	No hay valores

10 INFORME

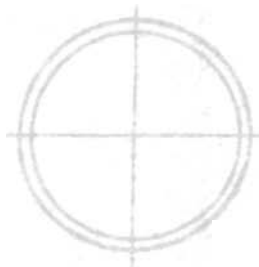
El informe debe contener lo siguiente:

- a) Realizado de acuerdo a la Norma Venezolana COVENIN XIV - 004
- b) Fecha de realización del ensayo
- c) Naturaleza de la muestra
- d) Identificación y procedencia de la muestra
- e) Fecha y lugar de la toma de muestra
- f) Resultados obtenidos
- g) Todos los accidentes eventuales susceptibles de haber actuado sobre el resultado
- h) Nombre del técnico que realizó el ensayo.

BIBLIOGRAFIA

- ISO 562-74 Hard coal and coke - Determination of the Volatil Matter
- NF:M03-004-74 Combustibles Minéraux Solides. Détermination de l' indice de Matières Volatiles de Charbon.

BSI 1016 Part 3: Methods for the Analysis and Testing of Coal and Coke. Proximate Analysis of Coal.
 ASTM:D 3175-73 Standard Method of Test for Volatile Matter in the Analysis Sample of Coal and Coke.

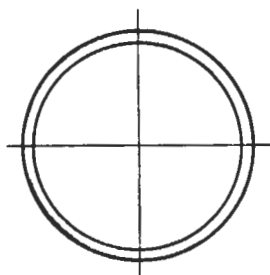
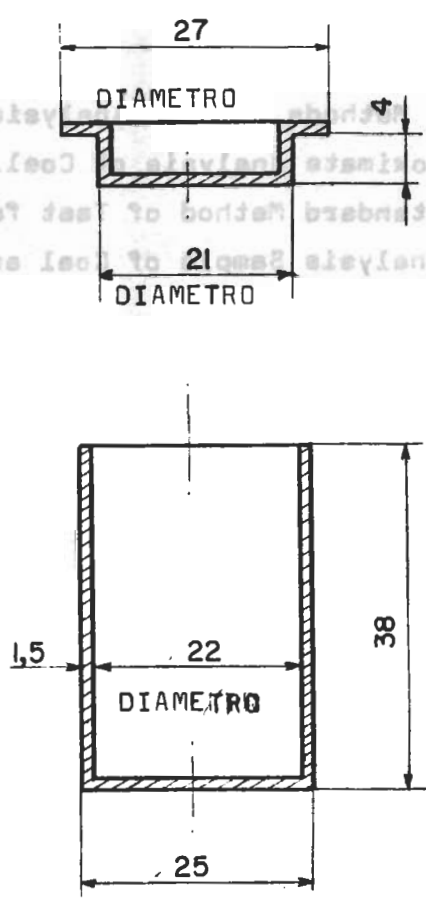


DIMENSIONES EN mm

FIG
 CRISOL Y TAPA DE SILICE
 (MEDIDAS TÍPICAS)

16

ASTM D 3175-73 Standard Method of Test for Volatile Matter in the Analysis Sample of Coal and Coke.
ASTM D 3175-73 Standard Method of Test for Volatile Matter in the Analysis Sample of Coal and Coke.
ASTM D 3175-73 Standard Method of Test for Volatile Matter in the Analysis Sample of Coal and Coke.



DIMENSIONES EN mm

FIG. 1
CRISOL Y TAPA DE SILICE
(MEDIDAS TIPICAS)