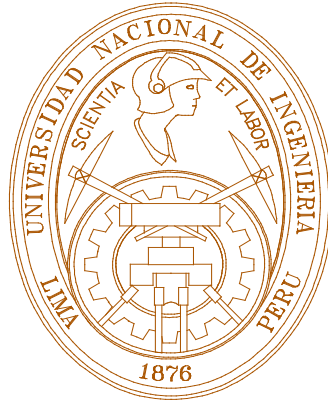


# UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

## FACULTAD DE INGENIERIA GEOLOGICA MINERA Y METALURGICA



### **“NORMAS USADAS PARA EL CONTROL DE CALIDAD DEL MINERAL DE HIERRO Y COKE METALURGICO EN EL DESEMBARQUE PARA LA PLANTA DE SIDERPERU - CHIMBOTE”**

**Informe de Ingeniería:**

**PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE**

**INGENIERO METALURGISTA**

**Abelino Teutista Velásquez Laveriano**

**Lima – Perú**

**2005**

## **AGRADECIMIENTO**

*Quiero agradecer a mi padre Leonidas Velásquez Milla, a mi madre Felicita Laveriano de Velásquez, a mis hermanos en especial a Manuel Velásquez, así como a mí esposa Julia Lescano de Velásquez y mis queridos hijos los que, además de brindarme con entusiasmo su apoyo, estímulo, tiempo y cariño, estuvieron dispuestas a comprenderme y por quitarles horas, tiempo y compañía que les pertenecían.*

*También mi gratitud a nuestros profesores universitarios por las enseñanzas y consejos impartidos, así como a mis colegas de estudios por compartir momentos de alegrías y tristezas en toda mi vida universitaria.*

***El Autor.***

# **“NORMAS USADAS PARA EL CONTROL DE CALIDAD DEL MINERAL DE HIERRO Y COKE METALURGICO EN EL DESEMBARQUE PARA LA PLANTA DE SIDERPERU - CHIMBOTE”**

## **RESUMEN**

En el capítulo 1, hacemos una introducción del objetivo de la tesis, describimos resumidamente la ubicación geográfica, la producción de hierro en el Perú, así como sus principales indicadores macroeconómicos en el Perú como su producción minera, riqueza geológica, inversión minera y exportaciones mineras.

En el capítulo 2, resaltamos conceptos de siderurgia, antecedentes históricos de la obtención del hierro, así como la obtención del acero y el sistema del alto horno.

En el capítulo 3, describimos las normas para pellets de Fierro según la Norma JIS 8100-8202-8710 que se ha adaptado para el empleo en SiderPeru, como Muestreo (clases de muestreo, método, etc.), Preparación de muestra (medida, humedad, análisis, prueba de reducción, etc.), Método de preparación de muestra, Método de determinación de distribución medida (análisis granulométrico) y Método de determinación de prueba para análisis químico.

En el capítulo 4, describimos las normas que se aplica para el Coke metalúrgico, según la Norma ISO 556, 579, 728 y ASTM 348-90, así para la Norma ISO 556 se describe su campo y alcance, aparatos, muestreo, procedimiento y resultados. Para la Norma ISO 579 (para análisis de humedad) se describe alcances, aparatos, procedimiento y resultados. Para la Norma ISO 728 (para análisis granulométrico) se describe sus alcance, aparatos , preparación de muestra, procedimiento y resultados. Y para la Norma ASTM 348-90 (para análisis químico) se describe resumen, aparatos y procedimiento.

En el Capítulo 5, damos nuestras conclusiones así como nuestras recomendaciones lo que conlleva a un manual de operaciones el cual se aplican ahora en SiderPerú, por último mencionas la bibliografía usada así como anexos.

**“NORMAS USADAS PARA EL CONTROL DE CALIDAD DEL MINERAL DE  
HIERRO Y COKE METALURGICO EN EL DESEMBARQUE PARA LA PLANTA  
DE SIDERPERU - CHIMBOTE”**

**INDICE**

Agradecimiento

Resumen

<b>CAPITULO I: GENERALIDADES</b>	<b>Pág.</b>
1.1 Introducción	8
1.2 Ubicación geográfica y vías de acceso	8
1.3 Producción de hierro en el Perú	9
1.4 Principales indicadores macroeconómicos en el Perú	10
a. Producción minera	10
b. Riqueza geológica	12
c. Inversión minera	13
d. Exportaciones mineras	14
 <b>CAPITULO II: USOS DEL MINERAL DE HIERRO Y COQUE METALURGICO EN LA FABRICACION DE ACERO</b>	
2.1 Siderurgia	16
2.2 Antecedentes históricos	17
2.3 Obtención de arrabio	19
2.4 Métodos de refinado del hierro fundido	24
2.4.1 Proceso básico de oxígeno	24
2.5 Acero fabricado en horno eléctrico	25
 <b>CAPITULO III: NORMAS PARA PELLETES DE FIERRO</b>	
<b>3.1 Norma JIS 8100-8202-8710 para pellets de fierro</b>	
3.1.1 Descripción	27
3.1.2 Aspectos generales	27
3.1.3 Muestreo	27
A) Clases de muestreo	27

B) Tiempo de ejecución de muestreo	28
C) Método de muestreo	28
D) Precisión	28
E) Método de toma de incrementos	29
F) Promedio de medida de incrementos	30
G) Clasificación de magnitudes de variación de calidad	30
<i>3.1.4 Preparación de muestra</i>	<i>30</i>
A) Muestra de medida	30
B) Muestra de humedad	31
C) Muestra de análisis	31
D) Muestra de prueba de reducción	31
E) Muestra de redondeo de los valores promedios	31
<i>3.1.5 Método de preparación de muestra</i>	<i>33</i>
A) Método de reducción de muestra	33
B) Aplastamiento y post de muestra	34
C) Preparación de muestra final de reducción	34
D) Preparación de muestra final de medida para A.G.	35
E) Preparación de muestra final de humedad	35
F) Preparación de muestra final de análisis químico	35
<i>3.1.6 Método de determinación de distribución medida (A.G.)</i>	<i>36</i>
A) Resumen de método	36
B) Muestra	36
C) Tamices	36
D) Procedimiento	36
E) Valor determinado	37
F) Registro y expresión	37
<i>3.1.7 Método de determinación de contenido de humedad</i>	<i>39</i>
A) Resumen de método	39
B) Aparatos	39
C) Procedimiento	39
D) Calculo	40

E) Valor determinado	40
F) Registro y expresión	40
<b>3.1.8 Método de determinación de prueba para análisis químico</b>	
A) Resumen	41
B) Aparatos	41
C) Procedimientos a la muestra final	42
<b>CAPITULO IV: NORMAS PARA COKE METALURGICO</b>	
<b>4.1 Norma ISO 556, 579 ,728 y ASTM D 348-90 para coke metalúrgico</b>	<b>43</b>
4.1.1 Descripción	43
4.1.2 Norma ISO 556 (prueba mecánica de micum – test)	43
A) Campos y alcance de aplicación	43
B) Aparatos	43
C) Muestreo	45
D) Procedimiento	46
E) Expresión de resultados	47
F) Resumen del método	47
4.1.3 Norma ISO 579 (prueba de análisis de humedad)	50
A) Alcances	50
B) Referencias y principios	50
C) Aparatos	50
D) Muestra	50
E) Procedimiento	51
F) Expresión y resultados	51
G) Precisión	52
H) Informe de prueba	52
4.1.4 Norma ISO 728 (prueba de análisis de granulometría)	52
A) Alcances	52
B) Referencias normativas	52
C) Definición	53

D) Aparatos	53
E) Preparación de muestra de prueba	53
F) Procedimiento	54
G) Expresión y resultados	54
H) Informe de prueba	54
4.1.5 Norma ASTM D 348-90 (prueba de análisis químico)	
A) Resumen	55
B) Aparatos	55
C) Procedimiento	55
<b>CAPITULO V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b>	
5.1 Conclusiones	59
5.2 Recomendaciones	60
<b>BIBLIOGRAFIA</b>	61
<b>ANEXOS</b>	62

## **CAPITULO I: GENERALIDADES**

### **1.1 Introducción**

Ante la difícil situación económica de la industria siderurgia, hace que el profesional involucrado directamente en la producción se plantee alternativas de mejora de la eficiencia de las operaciones, ya sea optimizando o ampliando la capacidad de las instalaciones existentes, mejora en el rendimiento metalúrgico del proceso y adecuado uso de insumos tendientes a reducir los costos de producción.

Hacer cumplir de manera rigurosa las normas técnicas internacionales ISO ,JIS y la experiencia técnica de cada uno de nosotros sobre todo obtenidas en la UNI y que son especialmente para minerales ( en nuestro caso para minerales de Coke Metalúrgico y Pellets de Fe ), para los análisis de Humedad ( AH. ), Análisis Químico ( AQ.) ,Análisis Granulométrico ( AG.) y una Prueba Mecánica de Micum Test ( MT. Que es solamente para el Coke Metalúrgico).

El presente informe intenta aportar mas para el estudiante o profesional que labore en este tipo de industria Siderurgica y/o fundición donde se debe aplicar estas normas. La marcha practica preparada por mi persona como normas usadas para el control de calidad del mineral de hierro y coke metalúrgico en el desembarque para la planta de Sider Perú ( un manual de operaciones de trabajo para el Coke Metalúrgico y el mineral de Pellets de Fe que es prácticamente el resumen practico de las normas usadas como son las normas ISO , JIS, ASTM y la experiencia de mi formación académica para un desembarque y el control de calidad de estos minerales para dichos análisis arriba mencionados. ).

### **1.2 Ubicación geográfica y vías de acceso**

El Perú cuenta con una excelente ubicación geográfica, en el centro de América del Sur. Ello le permite gozar de un fácil acceso a los mercados del Sudeste Asiático y EEUU. Asimismo, como miembro de la Asia Pacific Economic Cooperation (APEC) y de la Comunidad Andina de Naciones (CAN), el Perú goza de beneficios económicos para esos mercados.

La zona donde se trabajo, se encuentra ubicada en el Dpto. de Ancash, Provincia del Santa, distrito de Chimbote, por la Av. Industrial S/n conocido como un



complejo Industrial de la ciudad de Chimbote como referencia al Nor Oeste de la Panamericana Norte.

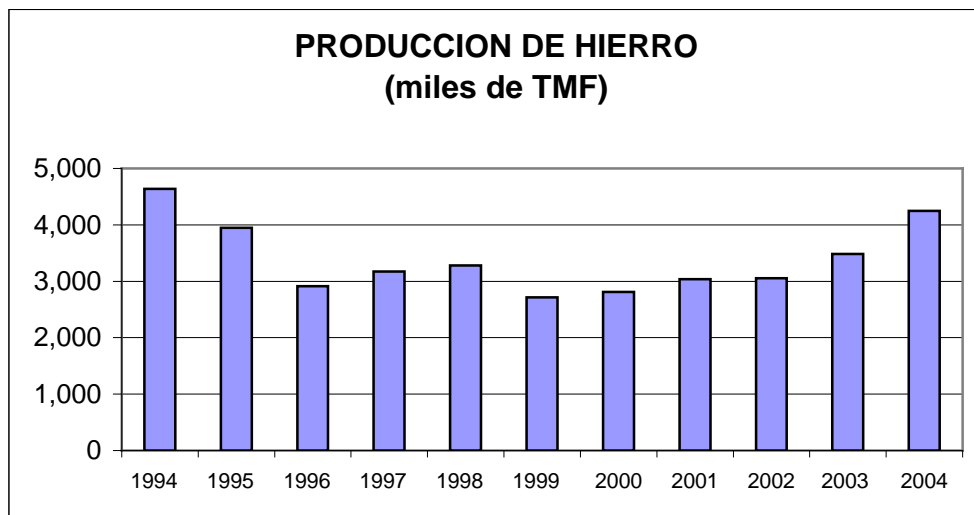
El complejo Siderúrgico , tiene vías de acceso de entrada por la Panamericana Norte al Nor- Oeste por la Av. Industrial en dirección al puerto de Chimbote muy cerca al cerro de la Paz. Y otras vías más como por la Av. Pardo llegando directamente a la a la Industria Siderurgica viniendo de Lima.



Fig. N °1

### 1.3 Producción de hierro en el Perú

Marcona es la principal mina de hierro en operación en el Perú y pertenece a Shougang Hierro Perú. Su producción se incrementó en 51% en el periodo 2000 – 2004, gracias a la mayor demanda que enfrenta -principalmente de China- que compra alrededor del 40% de la producción de Shougang.



Fuente: Ministerio de Energía y Minas  
Fig. N° 2

#### 1.4 Principales indicadores macroeconómicos en el Perú

##### a. Producción Minera

Perú es un país líder en producción minera a nivel mundial. La minería ha sido una importante actividad económica en el Perú desde la época precolombina.

Perú es un país líder en producción minera a nivel mundial. Es el primer productor de oro, zinc, plomo y estaño -entre otros metales- en Latinoamérica de acuerdo con la United States Geological Survey. Asimismo, Perú está ubicado entre los siete primeros lugares en el ranking de producción mundial. Este liderazgo no es reciente: la producción de oro, cobre y zinc ha crecido a tasas promedio de 18%, 10% y 6% respectivamente durante el período 1994 a 2004.

### Perú: Posición de Producción Minera - 2004

	Mundial /	Latinoamérica
Cobre	3	2
Oro	6	1
Zinc	2	1
Plata	2	2
Plomo	4	1
Estaño	3	1
Molibdeno	4	2
Bismuto	2	1
Selenio	7	2
Telurio	3	1

Fuente : USGS

Tabla N° 1

Entre el 2001 y el 2004 la tasa de crecimiento promedio del sector minero fue 10%, bastante mayor que el promedio del PBI nacional de 3.4%.

El PBI del sector minero creció alrededor de 5.3% en el 2004. La tasa del PBI minero ha sido positiva desde 1995.

Este crecimiento se ha alcanzado gracias al potencial geológico del país y a un clima de inversión propicio. Actualmente, invierten en el Perú empresas mundialmente líderes en producción minera como Noranda, BHP-Billiton, Teck-Cominco, Barrick Gold, Newmont, Phelps Dodge, Grupo México, Mitsui, Shougang. Las mismas que han desarrollado minas de clase mundial como Yanacocha, Antamina o Pierina.

PRODUCCIÓN MINERA POR PRINCIPALES METALES

Metales / Metals	Unidad / Unit	2000	2001	2002	2003 P/	2004 P/
Cobre	Miles de TMF	554	722	843	843	1,036
Oro	TMF	133	139	157	173	173
Zinc	Miles de TMF	910	1,057	1,222	1,373	1,209
Plata	TMF	2,438	2,571	2,687	2,921	3,060
Plomo	Miles de TMF	271	290	298	309	306
Hierro	Miles de TMF	2,813	3,038	3,056	3,485	4,247
Estaño	Miles de TMF	37	38	39	40	42

P/ Datos preliminares

Fuente: Ministerio de Energía y Minas

Tabla N° 2

b. Riqueza geológica

Si hay algo que distingue al Perú es precisamente su inmensa riqueza natural. Dentro de ella, destacan los recursos minerales como unos de los más importantes y variados que ofrece el suelo peruano. Sin embargo, y a pesar del crecimiento sostenido alcanzado por el sector minero en los últimos años aún quedan vastos territorios por explorar y muchos recursos por explotar.

Esto convierte a la minería en una de las actividades con mayor potencial de desarrollo en el Perú. El Perú es percibido como el tercer país con mayor potencial geológico, según la Encuesta Anual de Compañías Mineras del Instituto Fraser 2003/2004.

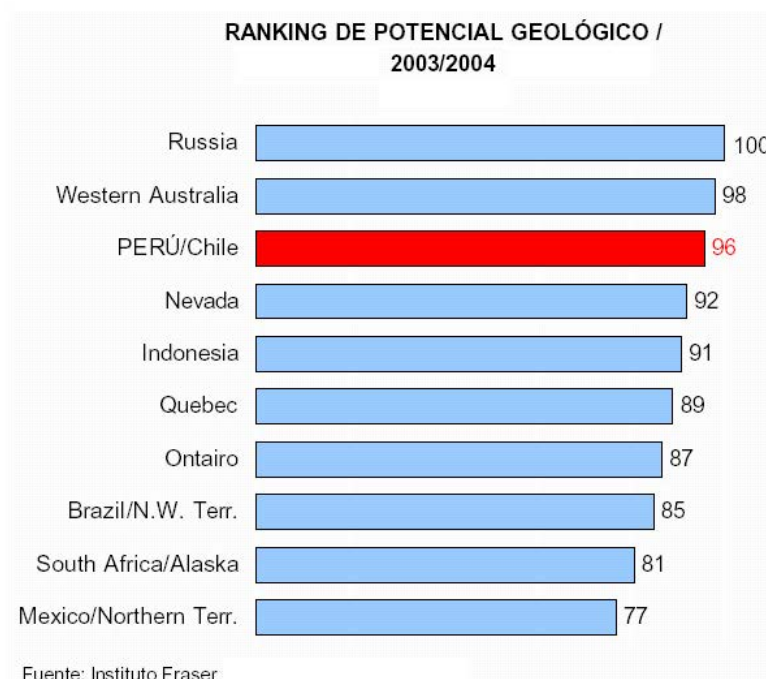


Fig. N° 3

### c. Inversión minera

El Perú es percibido como el quinto país más atractivo a la inversión minera principalmente gracias a su gran potencial geológico, según la Encuesta Anual de Compañías Mineras del Instituto Fraser 2003/2004.

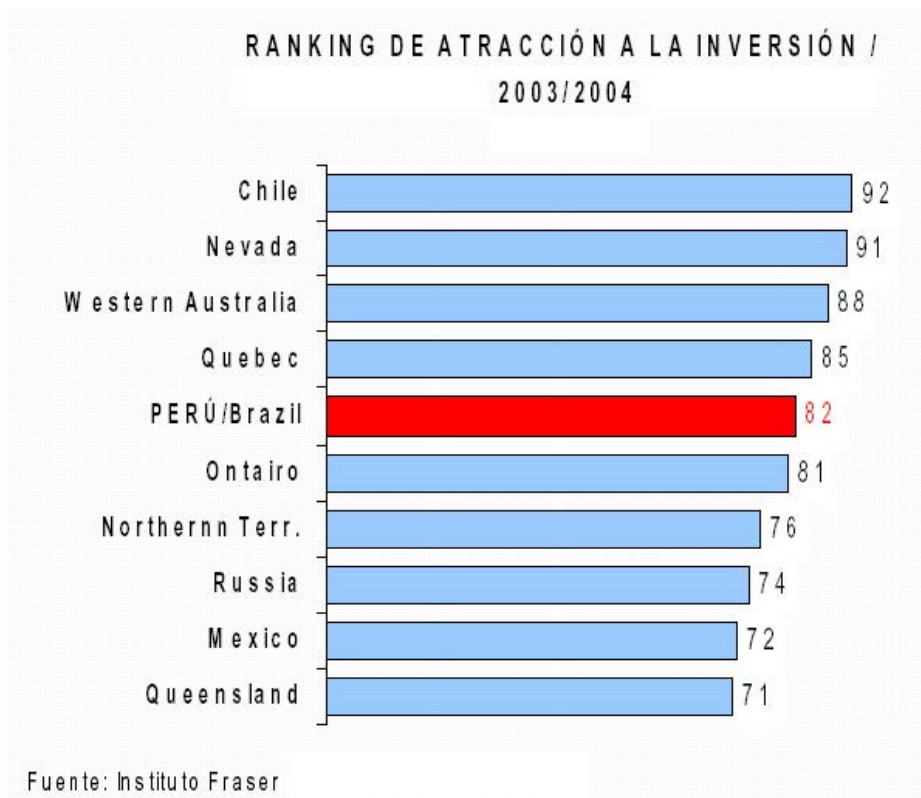


Fig. N° 4

La inversión minera en el Perú básicamente sigue la dinámica de los precios internacionales al igual que la tendencia mundial. Este comportamiento demuestra que las condiciones que ofrece el Perú permiten beneficiarse del ciclo minero internacional.

En el 2004, la inversión creció alrededor de 84%, así como también los precios internacionales de los principales metales exportados por el Perú crecieron más de 10%. Para el 2005 y los años siguientes se espera que la inversión continúe creciendo, ya que los precios internacionales de los metales se mantendrán en niveles altos y el Perú velará por atraer nueva inversión.

### Marco de Inversión Extranjera:

- ❖ Devolución del Impuesto General a las Ventas (IGV) a los gastos realizados por las compañías exploradoras en actividades de exploración.
- ❖ Posibilidad de firmar convenios de estabilidad tributaria con el Gobierno Peruano –por periodos de 10 ó 15 años– para las empresas mineras.
- ❖ Arrastre de pérdidas netas por cuatro años consecutivos a partir del año en que se registren utilidades gravables.
- ❖ Las utilidades obtenidas de la venta de acciones o bonos en la bolsa de valores local, están libres de impuestos.
- ❖ Política no discriminatoria con respecto a otras actividades económicas.



Fig. N° 5

#### d. Exportaciones Mineras

Desde 1973, el sector minería ha representado alrededor del 50% del total de exportaciones peruanas. En el 2004, esta participación fue 55%. Las exportaciones mineras se ubicaron cerca de US\$ 6,881 millones, que representa un crecimiento de 50% respecto del año anterior.

Los principales metales exportados fueron oro, cobre y zinc, de manera similar a años anteriores. La participación de los tres metales en conjunto fue 80% de las exportaciones mineras.

Este resultado se debe tanto a que son los principales metales producidos en el Perú, como al alza de sus precios internacionales.

<b>EXPORTACIONES</b>			
<b>(US\$ Millones)</b>			
	<b>2002</b>	<b>2003</b>	<b>2004</b>
Total	7,723	8,986	12,547
Minería	3,809	4,597	6,881
Oro	1,501	2,045	2,362
Cobre	1,187	1,261	2,446
Zinc	429	529	577
Plomo	211	201	398
Plata	174	191	260
Hierro	83	94	129
Estaño	155	175	299
Otros metales	69	102	410
Resto de sectores	3,914	4,389	5,667

Fuente: Banco Central de Reserva del Perú

Tabla N° 3



## CAPITULO II: USOS DEL MINERAL DE HIERRO Y COQUE METALURGICO EN LA FABRICACION DEL ACERO

### 2.1 Siderurgia

Tecnología relacionada con la producción del hierro y sus aleaciones, en especial las que contienen un pequeño porcentaje de carbono, que constituyen los diferentes tipos de acero y las fundiciones. A veces, las diferencias entre las distintas clases de hierro y acero resultan confusas por la nomenclatura empleada. En general, el acero es una aleación de hierro y carbono a la que suelen añadirse otros elementos. Algunas aleaciones denominadas “hierros” contienen más carbono que algunos aceros comerciales. Los distintos tipos de acero contienen entre el 0,04 y el 2,25% de carbono. El hierro colado o fundición contiene entre un 2,25 y un 5% de carbono. Hay una forma especial de hierro maleable, prácticamente sin aplicaciones (sólo se emplea para construir núcleos de hierro en las bobinas eléctricas), que no contiene casi carbono. Para fabricar aleaciones de hierro y acero se emplea un tipo especial de aleaciones de hierro denominadas ferroaleaciones, que contienen entre un 20 y un 80% del elemento de aleación, que puede ser manganeso, silicio o cromo.

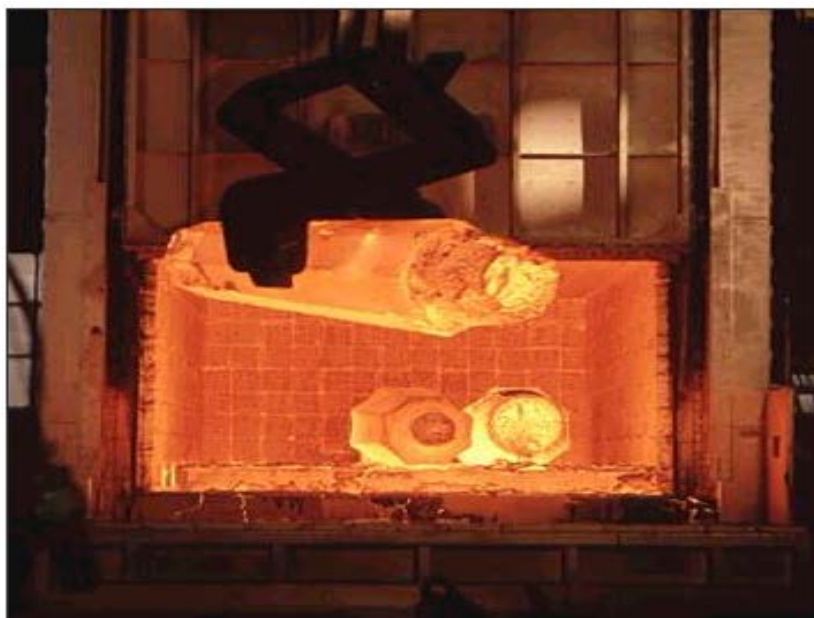


Fig. N ° 6. Acero al rojo

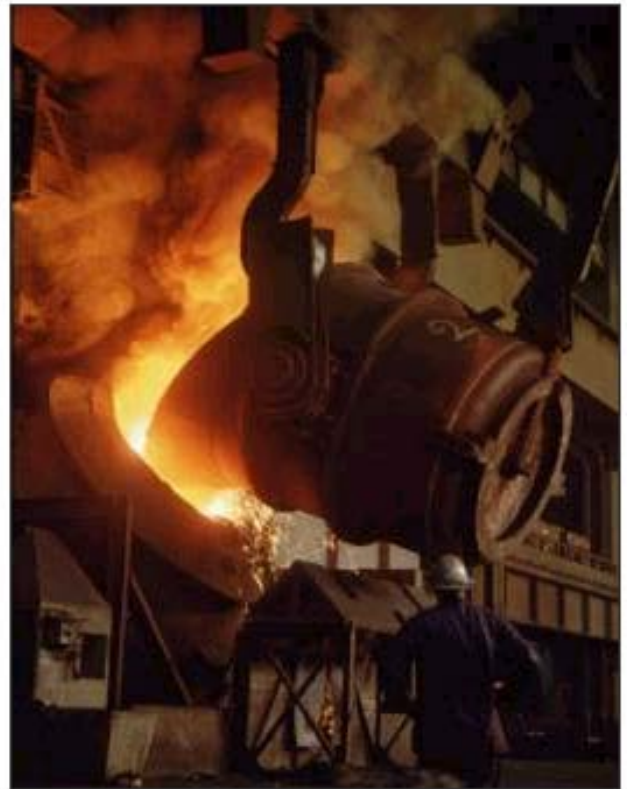
*Componentes estructurales de acero brillan al rojo bajo una temperatura de miles de grados. El calor intenso es un elemento inseparable de la siderurgia, pues el hierro y el acero admiten mejor operaciones como las de batido y laminado, cuando están muy calientes.*



Fig. N ° 7.

#### Producción de acero

*El arrabio fundido se vierte en un crisol abierto para ser convertido en acero. El acero es una forma de hierro producida a partir de mineral hierro, coque y caliza en un alto horno. Para fabricar un acero resistente hay que eliminar el exceso de carbono y otras impurezas.*



#### 2.2 Antecedentes históricos

Los primeros utensilios de hierro descubiertos por los arqueólogos en Egipto datan del año 3000 a.C., y se sabe que antes de esa época se empleaban adornos de hierro. Los griegos ya conocían hacia el 1000 a.C. la técnica, de cierta complejidad, para endurecer armas de hierro mediante tratamiento térmico.

Las aleaciones producidas por los primeros artesanos del hierro (y, de hecho, todas las aleaciones de hierro fabricadas hasta el siglo XIV d.C.) se clasificarían en la actualidad como hierro forjado. Para producir esas aleaciones se calentaba una masa de mineral de hierro y carbón vegetal en un horno o forja con tiro forzado. Ese tratamiento reducía el mineral a una masa esponjosa de hierro metálico llena de una escoria formada por impurezas metálicas y cenizas de carbón vegetal. Esta esponja de hierro se retiraba mientras permanecía incandescente y se golpeaba con pesados martillos para expulsar la escoria y soldar y consolidar el hierro. En ocasiones esta técnica de fabricación producía accidentalmente auténtico acero en lugar de hierro forjado. Los artesanos del hierro aprendieron a fabricar acero calentando hierro forjado y carbón vegetal en recipientes de arcilla durante varios

días, con lo que el hierro absorbía suficiente carbono para convertirse en acero auténtico.

La producción moderna de acero emplea altos hornos que son modelos perfeccionados de los usados antiguamente. El proceso de refinado del arrabio mediante chorros de aire se debe al inventor británico Henry Bessemer, que en 1855 desarrolló el horno o convertidor que lleva su nombre. Desde la década de 1960 funcionan varios minihornos que emplean electricidad para producir acero a partir de material de chatarra. Sin embargo, las grandes instalaciones de altos hornos continúan siendo esenciales para producir acero a partir de mineral de hierro.

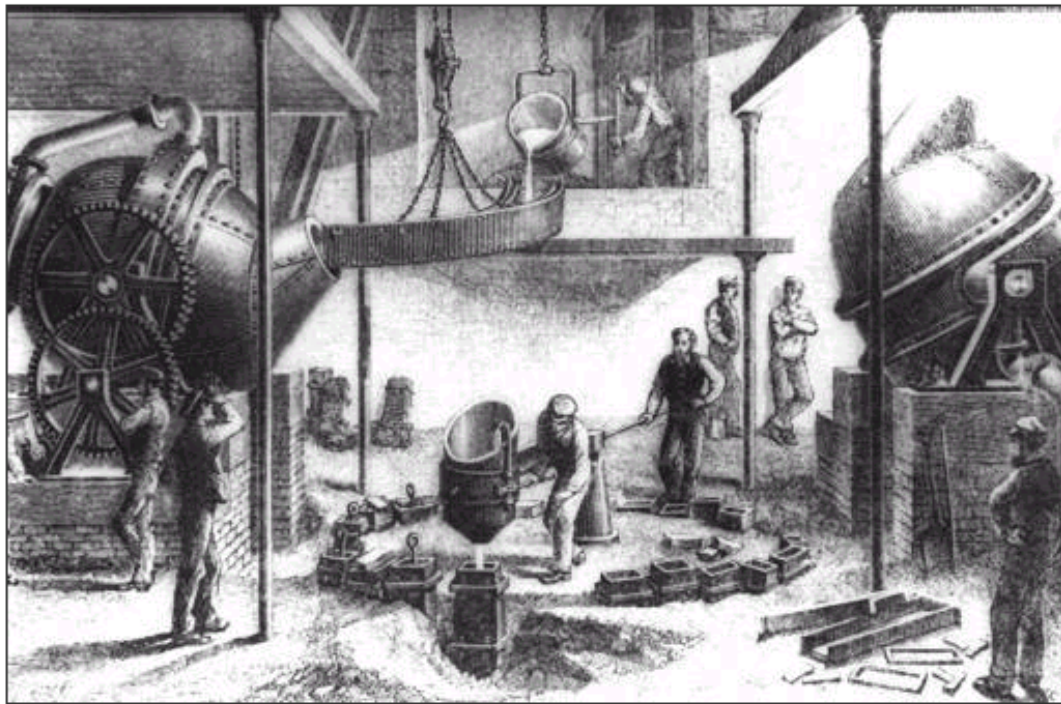


Fig. N° 8. *Producción de acero Bessemer Para convertir arrabio en acero con un convertidor Bessemer, hay que hacer pasar aire por el arrabio para quemar las impurezas. Este grabado muestra el proceso desarrollado por Henry Bessemer en 1855 y empleado hasta la década de 1950.*

### 2.3 Obtención de arrabio

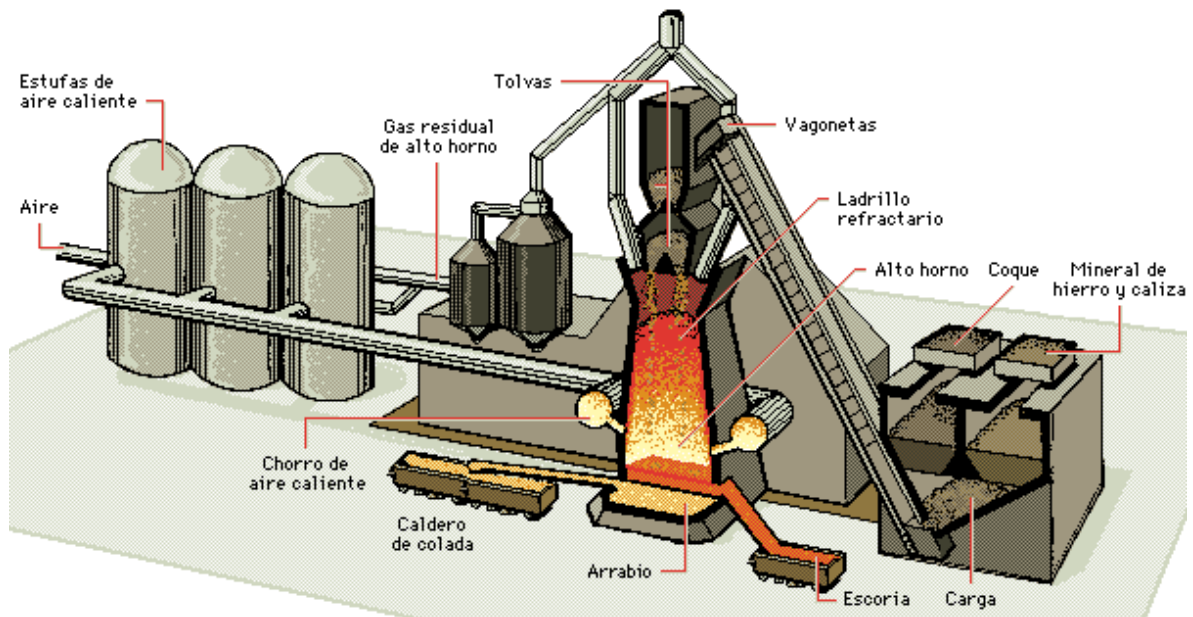
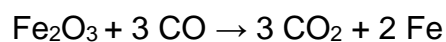


Fig. N ° 9. Para transformar mineral de hierro en arrabio útil hay que eliminar sus impurezas. Esto se logra en un alto horno forzando el paso de aire extremadamente caliente a través de una mezcla de mineral, coque y caliza, la llamada carga. Unas vagonetas vuelcan la carga en unas tolvas situadas en la parte superior del horno. Una vez en el horno, la carga es sometida a chorros de aire de hasta 870 °C (el horno debe estar forrado con una capa de ladrillo refractario para resistir esas temperaturas). El metal fundido se acumula en la parte inferior. Los residuos (la escoria) flotan por encima del arrabio fundido. Ambas sustancias se extraen periódicamente para ser procesadas.

Los materiales básicos empleados para fabricar arrabio son mineral de hierro, coque y caliza. El coque se quema como combustible para calentar el horno, y al arder libera monóxido de carbono, que se combina con los óxidos de hierro del mineral y los reduce a hierro metálico. La ecuación de la reacción química fundamental de un alto horno es:



La caliza de la carga del horno se emplea como fuente adicional de monóxido de carbono y como sustancia fundente. Este material se combina con la sílice presente en el mineral (que no se funde a las temperaturas del horno) para formar silicato de calcio, de menor punto de fusión. Sin la caliza se formaría silicato de hierro, con lo que se perdería hierro metálico. El silicato de calcio y otras impurezas forman una escoria que flota sobre el metal fundido en la parte inferior del horno. El arrabio

producido en los altos hornos tiene la siguiente composición: un 92% de hierro, un 3 o 4% de carbono, entre 0,5 y 3% de silicio, del 0,25% al 2,5% de manganeso, del 0,04 al 2% de fósforo y algunas partículas de azufre.

Un alto horno típico está formado por una cápsula cilíndrica de acero forrada con un material no metálico y resistente al calor, como asbesto o ladrillos refractarios. El diámetro de la cápsula disminuye hacia arriba y hacia abajo, y es máximo en un punto situado aproximadamente a una cuarta parte de su altura total. La parte inferior del horno está dotada de varias aberturas tubulares llamadas toberas, por donde se fuerza el paso del aire. Cerca del fondo se encuentra un orificio por el que fluye el arrabio cuando se sangra (o vacía) el alto horno. Encima de ese orificio, pero debajo de las toberas, hay otro agujero para retirar la escoria. La parte superior del horno, cuya altura es de unos 30 m, contiene respiraderos para los gases de escape, y un par de tolvas redondas, cerradas por válvulas en forma de campana, por las que se introduce la carga en el horno. Los materiales se llevan hasta las tolvas en pequeñas vagonetas o cucharas que se suben por un elevador inclinado situado en el exterior del horno.

Los altos hornos funcionan de forma continua. La materia prima que se va a introducir en el horno se divide en un determinado número de pequeñas cargas que se introducen a intervalos de entre 10 y 15 minutos. La escoria que flota sobre el metal fundido se retira una vez cada dos horas, y el hierro se sangra cinco veces al día.

El aire insuflado en el alto horno se precalienta a una temperatura comprendida entre los 550 y los 900 °C. El calentamiento se realiza en las llamadas estufas, cilindros con estructuras de ladrillo refractario. El ladrillo se calienta durante varias horas quemando gas de alto horno, que son los gases de escape que salen de la parte superior del horno. Después se apaga la llama y se hace pasar el aire a presión por la estufa. El peso del aire empleado en un alto horno supera el peso total de las demás materias primas.

Después de la II Guerra Mundial se introdujo un importante avance en la tecnología de altos hornos: la presurización de los hornos. Estrangulando el flujo de gas de los respiraderos del horno es posible aumentar la presión del interior del horno hasta

1,7 atmósferas o más. La técnica de presurización permite una mejor combustión del coque y una mayor producción de hierro. En muchos altos hornos puede lograrse un aumento de la producción de un 25%. En instalaciones experimentales también se ha demostrado que la producción se incrementa enriqueciendo el aire con oxígeno.

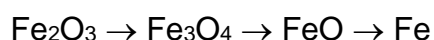
El proceso de sangrado consiste en retirar a golpes un tapón de arcilla del orificio del hierro cercano al fondo del horno y dejar que el metal fundido fluya por un canal cubierto de arcilla y caiga a un depósito metálico forrado de ladrillo, que puede ser una cuchara o una vagoneta capaz de contener hasta 100 toneladas de metal. Cualquier escoria o sobrante que salga del horno junto con el metal se elimina antes de llegar al recipiente. A continuación, el contenedor lleno de arrabio se transporta a la fábrica siderúrgica.

Los altos hornos modernos funcionan en combinación con hornos básicos de oxígeno, y a veces con hornos de crisol abierto, más antiguos, como parte de una única planta siderúrgica. En esas plantas, los hornos siderúrgicos se cargan con arrabio. El metal fundido procedente de diversos altos hornos puede mezclarse en una gran cuchara antes de convertirlo en acero con el fin de minimizar el efecto de posibles irregularidades de alguno de los hornos.

El alto horno se usa para obtener arrabio (hierro fundido) a partir de mineral de hierro. Como reductor se usa el coque y como fundente la caliza, balastro y cuarcita. Para la combustión del coque se inyecta aire precalentado por las toberas, actualmente se usa aire enriquecido con oxígeno, además se inyecta petróleo, gas natural o carbón.

#### REDUCCION DE LOS OXIDO DE HIERRO

A la temperatura superior a 570°C, se cumple que:

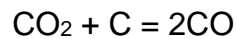
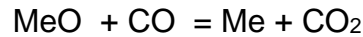


No es, desde luego, un esquema preciso, ya que en la realidad se forman las soluciones sólidas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  en  $\text{FeO}$  (Wustita) y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

En calidad de reductores de los óxidos de hierro en el alto horno sirven el carbono y el hidrógeno. La reducción por carbono se llama reducción directa y la reducción

por gases, reducción indirecta. Sin embargo, la interacción directa del carbono con los óxidos sólidos está limitado por el contacto imperfecto entre los pedazos del material.

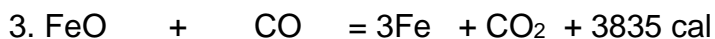
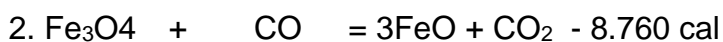
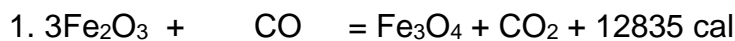
La reducción directa del carbón del coque con los óxidos. El proceso de dos etapas: la reducción indirecta y la reducción entre CO<sub>2</sub> y el carbono.



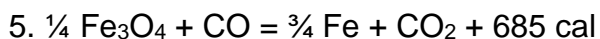
Ahora bien, lo principal que distingue el proceso de reducción directa de la reducción indirecta consiste en el consumo del carbono y esto quiere decir que con el desarrollo de las reacciones de reducción directa se reduce la cantidad de carbono que alcanza las toberas.

La reducción de los óxidos de hierro por el óxido de carbono transcurre por las reacciones siguientes:

A una temperatura superior a 570°C.

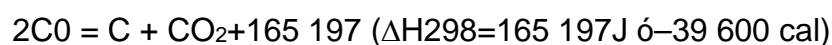


A una temperatura inferior a 570°C



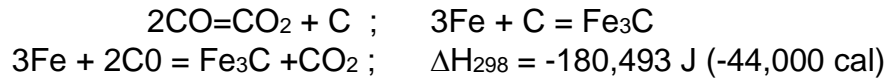
### Carburación del hierro y formación del arrabio

El hierro reducido en el alto horno absorbe el carbono y otros elementos formados el arrabio. El proceso de carburación comienza aún en el estado sólido, lo que señala el análisis de muestras tomadas desde la parte central y la superior de la cuba en las cuales se contiene hasta 1,0 a 1,2% de C. En este proceso desempeña gran papel el hierro recién reducido que sirve de catalizador para descomponer el óxido de carbono en carbono y dióxido de carbono según la reacción:



Esta reacción se desarrolla sobre la superficie del hierro esponjoso, con una actividad química elevada, el carbono del coque, interacciona con los átomos del

hierro formando los carburos de hierro. Así, pues el proceso de carburación del hierro se puede representar por el esquema siguiente:



Este proceso se desarrolla notablemente a una temperatura de 450 a 600 °C. A medida que el hierro se va carburando disminuye su temperatura de fusión.

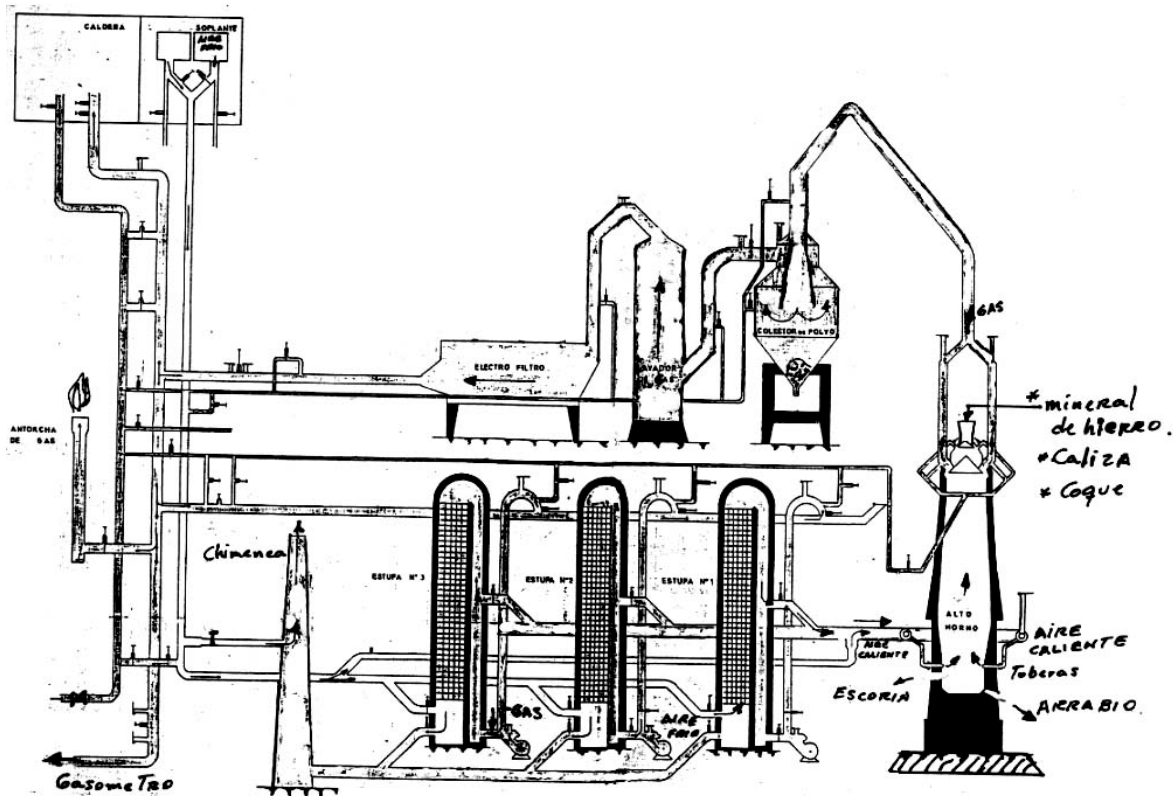
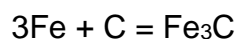


Fig. N ° 10. Sistema del Alto Horno

Si el hierro puro funde a 1535 °C, se funde a 1135°C. Ahora bien, y a una temperatura de 150°C aproximadamente se derrita las partículas de hierro y se forman las gotas de arrabio.

Una carburación más intensa de hierro transcurre después de que el metal pase al estado líquido. Las gotas de metal se ponen en contacto con el coque incandescente y son carburadas por la reacción





En diferentes horizontes pasan al arrabio pequeñas cantidades de otros elementos reducidos (silicio, manganeso, y en algunos casos vanadio, arsénico, cromo, níquel, cobre), así como el azufre.

El contenido definitivo de carbono en el arrabio no se presta a la regulación. El manganeso y el cromo, siendo elementos carburígenos, contribuyen a aumentar el contenido de carbono en el arrabio. El silicio fósforo u azufre forman con el hierro siliciuros, fosfuros y sulfuros los cuales siendo compuestos más estables que el carburo de hierro, lo destruyen. Actualmente debido al empleo de un viento elevadamente calentado, una mejor preparación de la mezcla de materiales y el aumento de la presión de los gases en el horno la temperatura del arrabio se ha elevado de 1400-1460°C a 1480-1528°C y se ha crecido, respectivamente, el contenido de carbono en el arrabio.

Conforme al funcionamiento del alto horno moderno recomendamos para determinar el contenido aproximado de carbono en el arrabio, en % la siguiente fórmula.

$$\%C=44.8+0.03Mn-0.27Si-0.32P-0.032S$$

## 2.4 Métodos de refinado del hierro fundido

### 2.4.1 Proceso básico de oxígeno

El proceso más antiguo para fabricar acero en grandes cantidades es el proceso Bessemer, que empleaba un horno de gran altura en forma de pera, denominado convertidor Bessemer, que podía inclinarse en sentido lateral para la carga y el vertido. Al hacer pasar grandes cantidades de aire a través del metal fundido, el oxígeno del aire se combinaba químicamente con las impurezas y las eliminaba.

En el proceso básico de oxígeno, el acero también se refina en un horno en forma de pera que se puede inclinar en sentido lateral. Sin embargo, el aire se



sustituye por un chorro de oxígeno casi puro a alta presión. Cuando el horno se ha cargado y colocado en posición vertical, se hace descender en su interior una lanza de oxígeno. La punta de la lanza, refrigerada por agua, suele estar situada a unos 2 m por encima de la carga, aunque esta distancia se puede variar según interese. A continuación se inyectan en el horno miles de metros cúbicos de oxígeno a velocidades supersónicas. El oxígeno se combina con el carbono y otros elementos no deseados e inicia una reacción de agitación que quema con rapidez las impurezas del arrabio y lo transforma en acero. El proceso de refinado tarda 50 minutos o menos, y es posible fabricar unas 275 toneladas de acero en una hora.

## 2.5 Acero fabricado en horno eléctrico

En algunos hornos el calor para fundir y refinar el acero procede de la electricidad y no de la combustión de gas. Como las condiciones de refinado de estos hornos se pueden regular más estrictamente que las de los hornos de crisol abierto o los hornos básicos de oxígeno, los hornos eléctricos son sobre todo útiles para producir acero inoxidable y aceros aleados que deben ser fabricados según unas especificaciones muy exigentes. El refinado se produce en una cámara hermética, donde la temperatura y otras condiciones se controlan de forma rigurosa mediante dispositivos automáticos. En las primeras fases de este proceso de refinado se inyecta oxígeno de alta pureza a través de una lanza, lo que aumenta la temperatura del horno y disminuye el tiempo necesario para producir el acero. La cantidad de oxígeno que entra en el horno puede regularse con precisión en todo momento, lo que evita reacciones de oxidación no deseadas.

En la mayoría de los casos, la carga está formada casi exclusivamente por material de chatarra. Antes de poder utilizarla, la chatarra debe ser analizada y clasificada, porque su contenido en aleaciones afecta a la composición del metal refinado. También se añaden otros materiales, como pequeñas cantidades de mineral de hierro y cal seca, para contribuir a eliminar el carbono y otras impurezas. Los elementos adicionales para la aleación se introducen con la carga o después, cuando se vierte a la cuchara el acero refinado.

Una vez cargado el horno se hacen descender unos electrodos hasta la superficie del metal. La corriente eléctrica fluye por uno de los electrodos, forma un arco eléctrico hasta la carga metálica, recorre el metal y vuelve a formar un arco hasta el siguiente electrodo. La resistencia del metal al flujo de corriente genera calor, que junto con el producido por el arco eléctrico funde el metal con rapidez. Hay otros tipos de horno eléctrico donde se emplea una espiral para generar calor.

## **CAPITULO III: NORMAS PARA PELLETES DE FIERRO**

### **3.1 Norma JIS 8100-8202-8710 para pellets de fierro**

#### *3.1.1 Descripción*

Esta norma especifica los métodos de muestreo, métodos de preparación de muestra, para los Análisis de Granulometría, Humedad, Químico y para los propósitos de determinación de valores medios de las características de calidad de consignación, y la JIS 8202 para el análisis químico.

#### *3.1.2 Aspectos generales*

Los términos usados en esta norma técnica son como , consignación( que consiste en la cantidad de bolitas acordadas entre las partes involucradas para el propósito de determinar su calidad promedio como también muestra de reducción colectada para determinar la reductibilidad de una consignación, el incremento, submuestra, muestra total, muestra de medida ( es la muestra final para los análisis que necesitamos) como también usan terminologías muestras de pruebas físicas, Tumbler, aplastamiento y otros que no realizamos en este trabajo encomendado.

#### *3.1.3 Muestreo*

##### A) Clases de muestreo

La clasificación dependerá sobre las facilidades de transporte de las bolitas sobre los equipos de manipuleo, así como también el lugar donde son tomados los incrementos el método usado para una consignación puede ser cualquiera de los que se menciona o combinadas y son:

- 1.-Muestreo de Faja.- Fue el método con que se trabajo, ya que es un método de colección de incrementos desde el transportador de faja o desde el flujo cayente de bolitas cuando una consignación, es entregado por un transportador de faja es el tipo de muestreo con lo que trabajamos. Fig N° 11
- (2) Tipo de Cortador de Tubo y con las siguientes no trabajamos; como son:
- 2.- Muestreo de Compuerta y
- 3.- Muestreo de Vagón.

##### B) Tiempo de ejecución de muestreo

El muestreo sería llevado a cabo durante el cambio de una consignación en el momento de su entrega; que se realizaban por acuerdo de ambas partes pero sin salirnos de la norma técnica y que se tomaba un promedio cada 2000 Tm. por turno, eso dependía de la velocidad de faja y la cantidad de alimentación en la hora de desembarque eso se daba aproximadamente cada 1 hora; 1.15 hora hasta a veces cada 2 horas, eso si el tiempo de ejecución era hasta el final de desembarque, sin parar salvo alguna falla mecánica o fuerza mayor por decir cuando la marea del mar era fuerte.

#### C) Método de muestreo

El muestreo será llevado a cabo mediante el método de muestreo periódico y sistemático con un inicio casual, el tiempo elegido es al azar dentro del primer intervalo de tiempo y peso aproximado a 2000 Tm. y en 1 hora.

#### D) Precisión

La precisión de muestreo es como sigue en la tabla con una probabilidad promedio del 95%.

**TABLA 4: PRECISION**

<b>Características de Calidad</b>	<b>Medida de Consignación (3), Toneladas Métricas</b>		
	En el caso de 45,000	En el caso de 5,000	En el caso de 500
Contenido de Hierro (bases secas)	Aprox. 0.2 %	Aprox. 0.25 %	Aprox. 0.5 %
Contenido de Humedad	Aprox. 0.4 %	Aprox. 0.5%	Aprox. 1.0 %
Medida de Partícula (Fracción – 5mm.) (4)	Aprox. 0.8 %	Aprox. 1.0 %	Aprox. 2.0 %
Fuerza de Tumbler (índice – 1mm)	Aprox. 0.4 %	Aprox. 0.5 %	Aprox. 1.0 %

## MUESTREO POR FAJA

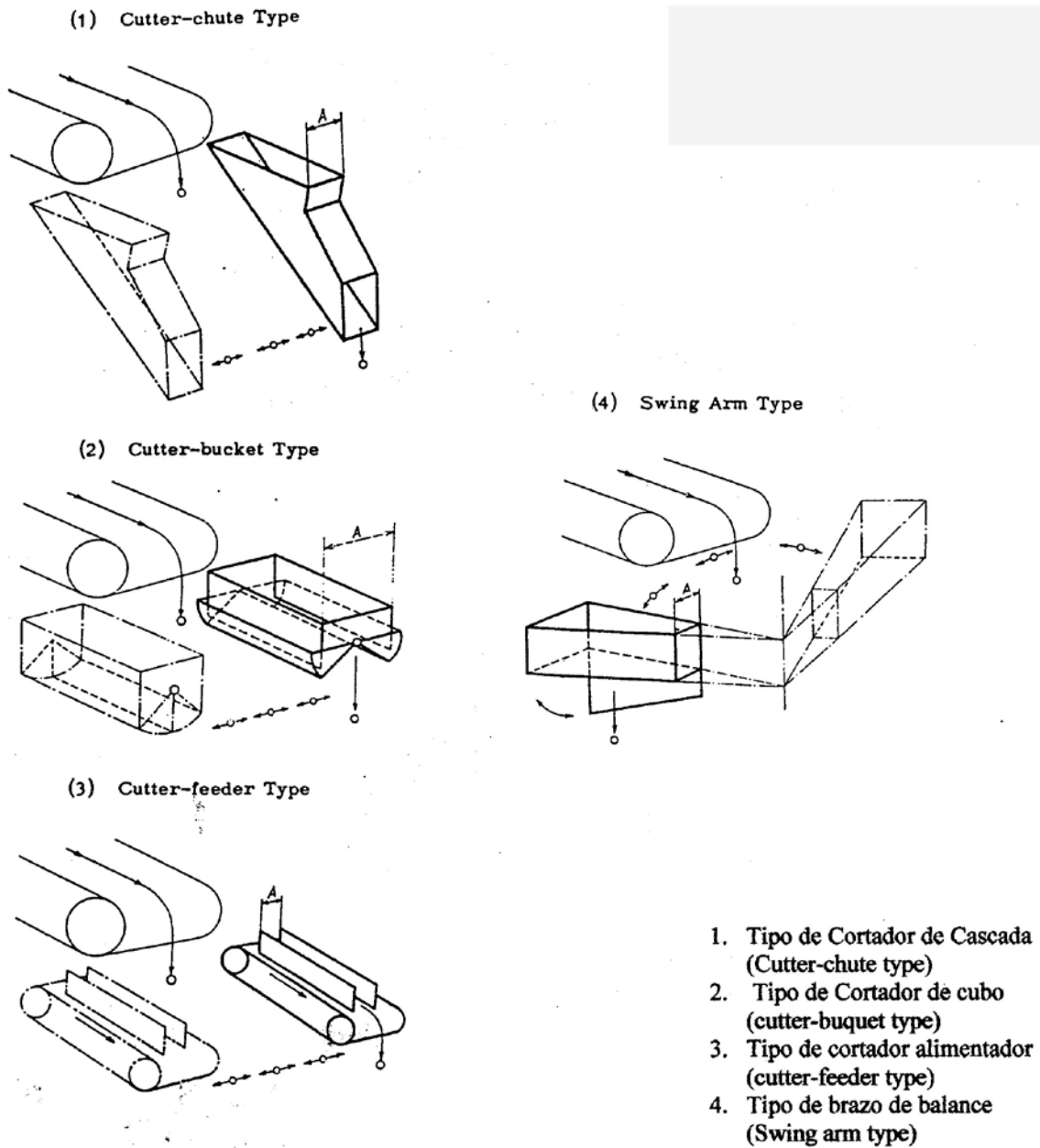


Fig. N ° 11

### E) Método de toma de incrementos

En el presente trabajo, se usó el método de muestreo electromecánico porque la consignación es grande, entonces los intervalos de toma de incrementos sería uniforme en términos de peso a través de la cantidad completa de una consignación y no sería cambiado en el curso de muestreo.

Sin embargo existe el método por una moción simple y como el caso de un muestreo manual.

OBSERVACION.- El intervalo de toma de incrementos sería lo suficiente corto de manera el N° de incrementos a ser tomado no sea menor que el N° especificado. Cuando la cantidad de manipuleo es uniforme, el intervalo de toma de incrementos puede estar basado en la unidad de tiempo, en vez de la cantidad unitaria.

#### F) Promedio de medida de incrementos

La norma dice, la medida promedio de incremento sería 25 Kg. Y a más. Los incrementos de peso no necesariamente son del mismo peso, donde la variación de medida de incremento está por debajo del 20% en términos de coeficiente de variación. Pueden combinar mezclando y sacar pesos iguales de incrementos individuales. Nuestro caso tomamos 3 veces cada 2000 Tm. Un promedio total de 240 Kg. Para ambos minerales.

#### G) Clasificación de magnitudes de variación de calidad

Es como se indica en la tabla 5 siguiente, para efectos de nuestro trabajo no nos tocó realizarlo.

TABLA 5 Clasificación de Magnitudes de Variación de Calidad

Categoría para magnitud de variación de calidad	Variación de Calidad dentro del Estrado, y entre estrados, %		
	Contenido de Hierro	Medida de partícula (fracción – 5 mm)	Fuerza Tumbler (índice – 1 mm)
Grande	0.7 y más	4.0 y más	2.0 y más
Mediano	0.3 y hasta 0.7	3.0 y hasta 4.0	1.5 y hasta 2.0
Pequeño	Debajo de 0.3	Debajo de 3.0	Debajo de 1.05

#### 3.1.4 Preparación de muestra

##### A) Muestra de medida

La muestra de medida sería preparada dentro de una muestra final de medida de acuerdo con el método especificado en D del capítulo III 3.1.5 sobre cada incremento, submuestra o muestra total. Finalmente es la muestra después de varios cuarteos (o reducción) realizados y es

la muestra sobre la que se van a realizar todas los análisis o pruebas respectivas.

B) Muestra de humedad

Seria preparado dentro de una muestra final de humedad de acuerdo con el método especificado en E del capitulo III 3.1.5, sobre cada incremento, submuestra, o muestra total.

C) Muestra de Análisis

Seria combinada dentro de una muestra total, lo cual entonces seria preparado dentro de una muestra de análisis final de acuerdo con el método especificado en F del capitulo III.3.1.5

D) Muestra de prueba de reducción

Esta muestra seria combinada dentro de una muestra total, la cual luego seria preparado dentro de una muestra final de prueba de reducción de acuerdo al método especificado que finalmente se lograba tener 4 divisor de rifles.

Muestras que se realizaba con el Divisor Rifle para todas las pruebas secas.

Son muestras de cuarteo que también podría haber se realizado manualmente pero el equipo de divisor de rifle nos da mayor eficiencia lógicamente se hacia una previa homogenización mecánica que son ya trabajos o técnicas de concepto

E) Muestra de redondeo de los valores promedios

Esto seria de acuerdo con la norma JIS Z8401 regla para redondeos numéricos. En nuestro trabajo fuimos un poco exigentes ya que el redondeo lo llevábamos hasta la cuarta decimal de redondeo y eso les

pareció mejor, al gerente de metalurgia de Sider Perú el cual Burea Veritas se congratulaba cada vez más en su servicio.

### EL DIVISOR DE RIFFLE

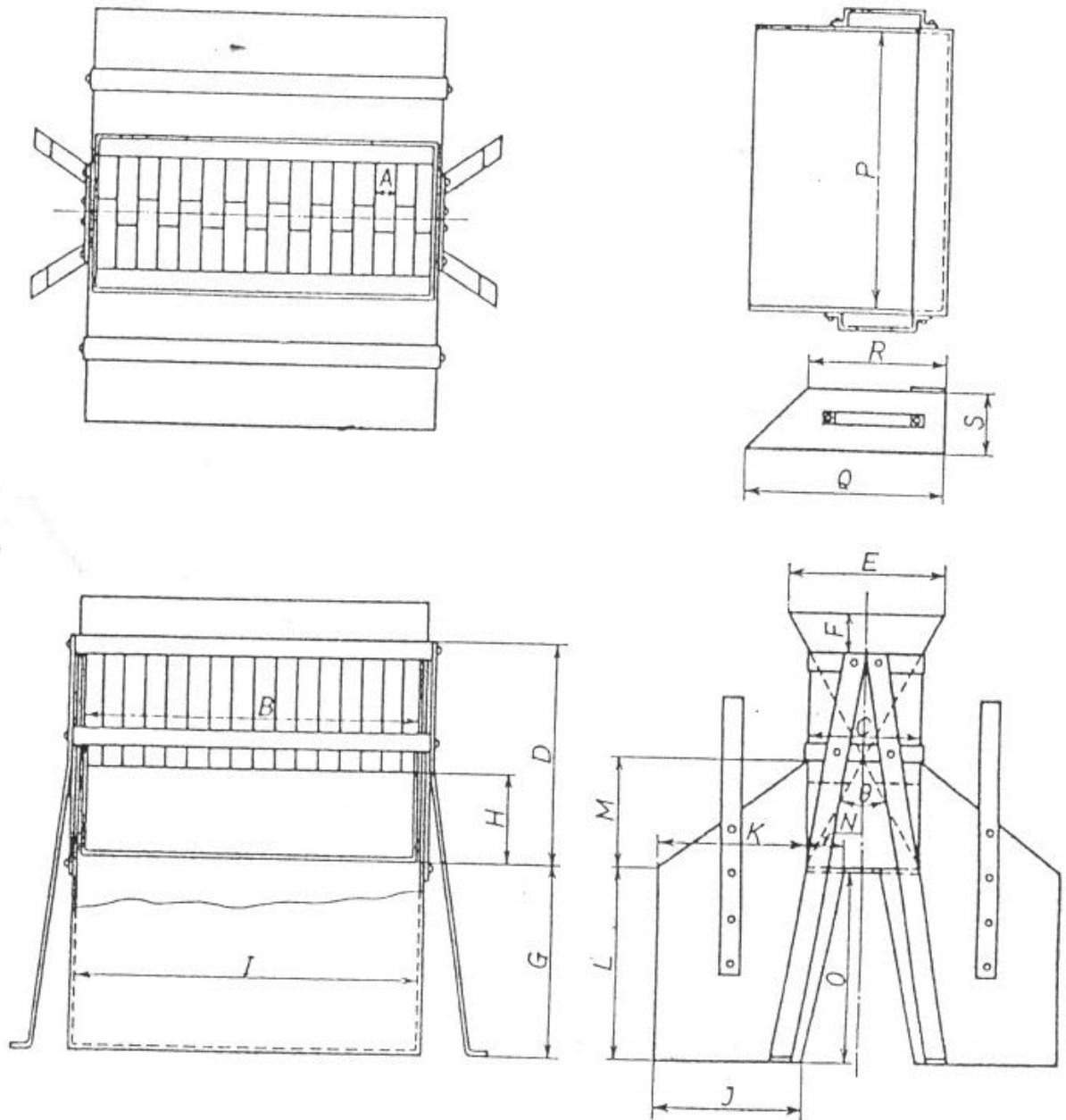


Fig. N° 12



		Unit: mm				
Rifle divider number		50	30	20	10	6
Number of reflex		12	12	16	16	16
Dimensions (mm)	A	50 ± 1	30 ± 1	20 ± 1	10 ± 0.5	6 ± 0.5
	B	630	380	346	171	112
	C	250	170	105	55	40
	D	500	340	210	110	80
	E	300	200	135	75	60
	F	50	30	30	20	20
	G	340	340	210	110	80
	H	200	140	85	45	30
	I	640	390	360	184	120
	J	220	220	140	65	55
	K	220	220	140	65	55
	L	340	340	210	110	80
	M	250	170	105	55	40
	N	75	55	35	20	15
	O	340	340	210	110	80
	P	630	380	346	171	112
Q	400	300	200	120	80	
R	265	200	135	70	45	
S	200	150	105	50	35	

1. "A" Es la dimensión especificada.
2. "B" A través de "S" son dimensiones mostradas como los ejemplos.

Tabla N° 6

### 3.1.5 Método de preparación de muestra

#### A) Método de reducción de muestra

La Reducción de la muestra fue llevado a cabo de acuerdo al Método Usando el divisor del Rifle

A.1.- Método de uso del Divisor de Rifle.- Considerando la medida de la partícula de la muestra, fue elegido el divisor de Rifle, apropiadas para las pruebas de Humedad, Granulometría, Análisis Químico y fue efectivamente el divisor n.50 ver tabla 5, con ángulos apropiados como el N° de tolvas seria invariable. Los criterios de reducción de la muestra de medida para las respectivas pruebas fueron la reducción de un incremento original o sub-muestra a muestras necesarias como indica la tabla N° 7 en nuestro caso utilizamos una muestra de casi 240Kg. Promedio de allí que el procedimiento de reducción se hace extensa

relativamente. De acuerdo al manual practico de operación que se presento a Sider Perú como parte del presente informe profesional. (Ver Anexo al Final: manual practico de operaciones como: NORMAS USADAS PARA EL CONTROL DE CALIDAD DE HIERRO Y COKE METALURGICO EN EL DESEMBARQUE PARA LA PLANTA DE SIEDER PERU - CHIMBOTE .)

Tabla N° 7 Criterio de reducción para muestra total

Medida Máxima de Partícula m.m	Peso de Muestra después de reducción Kg.
20 y menos	250 y mas
15 y menos	100 y mas
10 y menos	25 y mas
5 y menos	10 y mas
3 y menos	5 y mas
1.5 y menos	2 y mas
0.42 y menos	1 y mas

B) Aplastamiento o post muestra

Esto es preparado desde la muestra la cual ha sido sujeta a reducción de acuerdo a norma JIS, de una muestra final. Esto se realizo, básicamente para la prueba de humedad y análisis químico, como una etapa primaria (Chancado por un Molino Cónico, para pellets de Fe; pero para el coke se realizo por una Chancadora de quijada y luego por un pulverizador), así obteniendo una muestra por reducción para las 2 pruebas mencionadas.

C) Preparación de muestra final de reducción

En esta prueba se hace una reducción primaria denominada muestra mayor una es para el análisis de granulometría y la otra es para seguir realizando la reducción para llegar alrededor de 4 kilos ( es decir para pellets de Fe, pero para el coke era llegar no menor de 50 Kg. de muestra final de reducción ) estas se van para el análisis de humedad y la otra parte para el análisis químico, pero para el coke tenia que preparar en su reducción final un para la prueba de Micum Test.

D) Preparación de muestra final de medida para AG.

La muestra de medida sería preparada dentro de una muestra final de medida mediante reducción de cada incremento, cada muestra o muestra total de acuerdo a , A del capítulo III 3.1.5.

E) Preparación de muestra final de humedad

Cada incremento, cada sub. Muestra o muestra total estaría inmediatamente sujeta a reducción y luego sería tomado una muestra de 1 kilo y más como muestra final de humedad. En caso de una muestra total, será preparada 2 muestras finales de humedad. En nuestro caso de cada muestra, se llegaba a una muestra final por reducción de uso del Rifle. La determinación sería iniciada inmediatamente, después de haber reunido todas las muestras y habiéndolos mantenido en lugar hermético y controlar el tiempo por espacio de 12 horas.

F) Preparación de muestra final de análisis

Cada incremento, cada submuestra y cada muestra total después de su reducción de acuerdo con C del capítulo III 3.1.5 a la medida de partícula 0.25mm y menos y luego sería preparado el N° requerido de muestra final para el análisis químico que sería de 100 gramos, la muestra final de análisis obtenido de esta manera sería colocado en un contenedor pero como las muestras se entrega para Lima y hagan su respectivo análisis, lo empaquetamos en un sobre seguro plastificado por dentro para así hacer el análisis químico y enviar los resultados por correo en 72 horas , y otra contra muestra entregando a Sider Perú en una bolsa con una descripción sellada y de información y recibiendo con cargo. Finalmente reiteramos para todos los análisis que se realizaron se preparaba prácticamente para el comprador, vendedor, arbitraje y reserva, las reservas que eran las contra muestras tenían una vigencia de custodia por 6 meses.

### 3.1.6 Método determinación distribución medida (A.G.)

#### A) Resumen de método

Para el análisis de Granulometría (A.G.), Tamice la muestra dentro de varias fracciones de medida con el mismo tamiz especificado pese las fracciones individuales, obtenga el porcentaje de cada fracción de medida compare el peso de la muestra original y determine la distribución de medida de partícula (%) de la consignación.

#### B) Muestra

La muestra final obtenida A, C y D del capítulo III 3.1.5, sería usada, la medición de la medida de partícula sería llevado a cabo en principio sobre bases naturales, poniendo atención a no alterar el contenido de humedad de la muestra.

#### C) Tamices

La apertura de los tamices sería cuadrado y las medidas y tolerancias de la apertura estarían de acuerdo con lo que se enumeran, pero también pueden ser usado si es necesario tamices de apertura cuadrada con otras medidas de apertura como se Indica las normas y lógicamente convenidas por ambas partes involucradas pero sin salirnos de las normas establecidas con la misma ISO.

**Nosotros utilizamos tamices de malla 5/8", malla 1/2", malla 3/8" y malla 1/4" para pellets de Fe.**

#### D) Procedimientos

Pesar la muestra final de medida y cargarlo sobre el tamiz con la apertura especificada. Después del final de tamizado es considerado como habiendo sido alcanzado, cuando las partículas casi no pasaran a través del tamiz. Después de completado el tamizado, cada fracción de medida será pesada y anotada, es recomendable aplicar una cubierta (tapa) y recipiente al tamiz. Los tamices ha ser usados serian decididos por acuerdo entre las partes involucradas.

E) Valor determinado

El valor de la consignación es expresado por el primer decimal colocado por redondeo, al segundo decimal colocar de cualquier de las siguiente de preferencia al resultado final. Nosotros trabajamos hasta el cuarto decimal.

$$\text{Fracción de medida de partícula \%} = \frac{\text{Peso de fracción de medida de partícula}}{\text{Peso de muestra final de medida}} \times 100$$

Cuando la medición de distribución de medida de partícula ha sido llevado sobre incremento o sobre cada sub. Muestra.

$$\text{Fracción de medida de partícula \%} = \frac{\text{Suma de pesos de fracción de medida De partícula}}{\text{Suma de pesos de muestra final de Medida}} \times 100$$

F) Registro y expresión

Un ejemplo de los resultados de registro y la forma de expresión que se realizo en un desembarque 24741 TM de Pellets de Fe, Teniendo un resultado como indica en el cuadro siguiente de análisis de prueba de granulometría. (Nave Kyriakos)

**CUADRO N° 1: ANÁLISIS DE GRANULOMETRIA DE PELLETS DE FE**

muestra malla	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	Peso (Kg.)	%
5/8''	0.090	0.000	0.028	0.000	0.073	0.017	0.000	0.021	0.018	0.085	0.094	0.224	0.317	0.967	0.506
½''	1.569	0.627	1.734	0.363	2.220	0.623	0.331	1.186	1.392	2.927	3.531	4.310	4.369	25.182	13.194
3/8''	6.848	10.747	12.007	8.768	13.691	9.513	8.789	11.717	11.201	11.120	11.229	9.712	10.960	136.302	71.419
¼''	3.596	2.235	0.662	3.196	1.591	1.836	4.292	1.631	1.743	0.424	0.718	0.474	0.682	23.080	12.09
- ¼''	1.200	0.459	0.058	0.938	0.294	0.702	0.908	0.109	0.215	0.037	0.105	0.137	0.164	5.326	2.791
Σ	13.303	14.068	14.489	13.265	17.869	12.691	14.320	14.664	14.569	14.593	15.667	14.857	16.492	190.847	100.00

### 3.1.7 Método de determinación de contenido de humedad

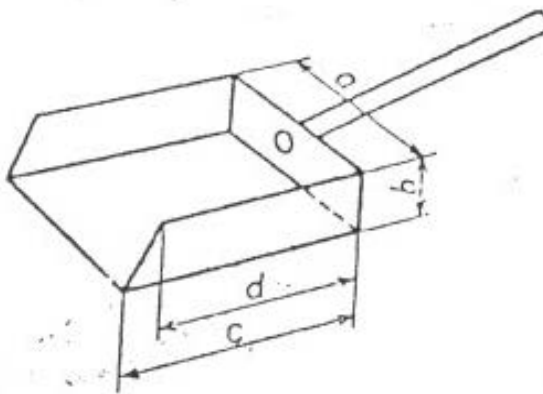
#### A) Resumen de método

Secar la humedad a la temperatura especificada para peso constante, medir la pérdida de peso, y de esa manera obtener la pérdida de peso como un porcentaje de peso de la muestra y determinar el contenido de humedad (%) de una consignación. La muestra usada será la muestra final de humedad, A, B C y E del capítulo III 3.1.5.

#### B) Aparatos

Los aparatos de secado serian capaces de mantener automáticamente en  $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$  (horno eléctrico totalmente hermético que no haya fuga de calor) y serian capaces de sostener las bandejas sobre las cuales es colocado la muestra final de humedad. Las bandejas son de acero inoxidable de capacidad de recepción 3.5 Kg. También se utilizaban cucharas modelo Fig. N° 13 y brochas para recoger los finos y no haya el menor error posible.

Fig. N ° 13: Cuchara



#### C) Procedimiento

Colocar la muestra final de humedad obtenida en A, B, C y E del capítulo III.3.1.5 sobre la bandeja de secado de un peso conocido  $W$  de la bandeja, eché

la muestra para que tenga una altura uniforme y pese la bandeja y la muestra para obtener el peso neto total  $W_{\text{húmedo}}$  (peso neto del mineral estaban dentro de 2.5 - 3.2 Kg. y casi siempre promedio de 3.0 Kg.) . Coloque la bandeja dentro de un horno (aparato de secado hermético) el cual esta regulado a  $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ , luego secar la muestra por 12 horas es decir las 13 a 19 muestras que trabajamos hasta alcanzar un peso constante mida el peso total inmediatamente después de la completación del peso neto desecado ( $W_{\text{seco}}$ ). El tiempo fijo decidido fue en base a la experiencia donde las bolitas muestran baja contracción considerada satisfactoria.

#### D) Calculo

El contenido de humedad (%) seria calculada mediante la siguiente formula

$$\text{Contenido de humedad \%} = \frac{W_{\text{húmedo}} - W_{\text{seco}}}{W_{\text{seco}}} * 100$$

#### E) Valor determinado

El contenido de humedad % de una consignación seria expresado para colocar el primer decimal mediante el redondeo, pero nosotros lo redondeamos en el 4<sup>to</sup> decimal para ver los errores a lo más mínimo.

#### F) Registro y expresión

Un ejemplo para el registro de resultados del Análisis de humedad uno de los desembarque de 24,741 TM de pellets de Fe realizados para en la planta Siderurgica de Chimbote.

VER CUADRO N° 2 SIGUIENTE DESEMBARCADO POR LA NAVE KYRIAKOS EL RESULTADO DEL ANÁLISIS DE HUMEDAD DEL PELLETS



N° Muestras	Peso húmedo	Peso seco	$\Delta$ peso	% peso
1	3.005	3.053	0.002	0.065
2	3.058	3.057	0.001	0.033
3	3.204	3.204	0.000	0.000
4	2.837	2.836	0.001	0.035
5	2.244	2.244	0.000	0.000
6	3.208	3.207	0.001	0.031
7	1.962	1.961	0.001	0.051
8	1.988	1.987	0.001	0.050
9	1.809	1.808	0.001	0.055
10	1.803	1.802	0.001	0.055
11	1.968	1.967	0.001	0.051
12	1.775	1.771	0.004	0.225
13	2.281	2.279	0.002	0.088
$\Sigma$	31.142	31.176	0.016	0.7399
Peso Promedio (% H) $\Sigma = \frac{0.739}{13} = 0.057$				

### 3.1.8 Método de determinación de prueba para análisis químico

#### A) Resumen

La muestra final obtenida en F del capítulo III.3.1.5 , después de haberse realizado el A, B y C del capítulo III.3.1.5 ; sería usada para la medición o el Análisis de Humedad Total, reforzado con la norma JIS 8202 y poniendo atención en no alterar el contenido de humedad.

#### B) Aparatos

De acuerdo a la norma nosotros trabajamos toda la marcha de preparación de muestra, como explicamos en el resumen, utilizamos los equipos de chancado (el molino cónico ) , el pulverizador, balanza.

### C) Procedimientos a la muestra final

Reiterando los procedimientos fue básicamente la muestra representativa de todo el composito realizando unas reducciones sucesivas que depende del volumen de desembarque para llegar a la muestra necesaria de 200gr dejábamos una muestra de composito en malla +m100 de 176gr y -m100 de 24 gr. Para que Sider Perú los analice en su laboratorio y poder comparar, con los resultados que entregaba Bureau Veritas

Y para Lima enviábamos también en mallas +m100 de 93 gr. Y -m100 de 107 gr. Que eran analizados en los EEUU y los resultados se lo entregaba en 72 horas a Sider Perú y no se tubo ninguna dificultad por tema de retrasos, al contrario siempre estuvieron satisfechos, no obstante se guardaba en custodia otro 200 gramos para Bureau Veritas como también quedaban en contra muestra en la misma empresa de Sider Perú en custodia por un espacio de 6 meses

## **CAPITULO IV: NORMAS PARA COKE METALURGICO**

### **4.1 Norma ISO 556, 579 ,728 y ASTM D 346-90 para coke metalúrgico**

4.1.1 Descripción .- Para la ejecución de las pruebas mecánicas (Micum Test), Análisis Químico, Análisis de Granulometría, Análisis de Humedad, los procedimientos en toma de muestras, métodos de toma de muestras, preparación de muestras final, se realizaron los mismos procedimientos para las pruebas de Pellets de Fe, descrito en los capítulos III 3.1.3, 3.1.4 y 3.1.5 Con mínimas diferencias en lo cual se detallara mas adelante cuando se estile de manera especifica.

#### **4.1.2 Norma ISO 556 (prueba mecánica de micum – test)**

Esta norma internacional fue desarrollada por el comité técnico ISO/TC 27, para combustibles y minerales sólidos y que fue circulados para los cuerpos miembros.

##### **A) Campos y alcance de aplicación**

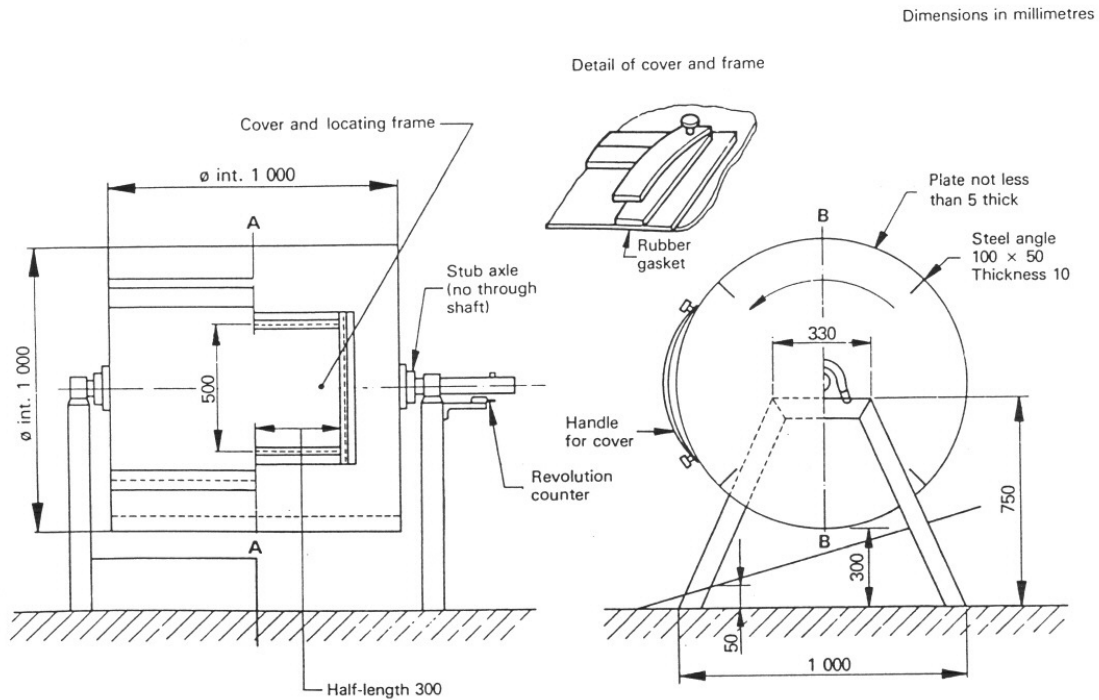
Esta norma internacional especifica un método para la determinación de la fuerza mecánica de Coke teniendo una medida de partícula mayor de 20 mm. Con referencias de la ISO 728 análisis de la medida de Coke (medida máxima nominal mayor de 20mm, y la ISO 565 tamices de prueba-alambre de metal tejido de tela y/o plancha perforada. La medida y distribución de medida conocida esta sujeta a técnicas de mecánica en un tambor rotativo. El grado de ruptura del Coke es evaluado mediante un proceso de tamizado y análisis de medida, después de 100 revoluciones del tambor.

##### **B) Aparatos**

Los equipos, aparatos utilizados y herramientas utilizados fueron los cuarteadores mecánicos Rifles n50 con aperturas máxima de 5 pulgadas el mismo diseño con la diferencia es por el tamaño de paso para partículas, lógicamente que eran mas grandes, tamices perforadas, pero por conveniencia

de las partes involucradas se utilizaron las cuadradas m25, m31.5, m40, m50, m63, m80, m100 y para la prueba netamente del Micum fueron la m10, m20, m40 si por el uso exceda la medida mas del 2% los tamices deberían ser canceladas con tal que no pasen el 25% , cucharas las mismas que se utilizaron en las pruebas de mineral de Pellets y el aparato tambor de acero cilíndrico con longitud 1000+-5mm, diámetro 1000+-5mm y un espesor de 5mm. El tambor deba ser remplazado si el espesor es menor a 5 mm debido al uso. En el interior del tambor paralelo a su eje y dividido la pared en 4 áreas iguales. Seria fijado 4 secciones de ángulo en cada alzado, igual a la longitud del tambor y construido de ángulo de acero de 100x50x10mm, fijado en la longitud del Cilindro o Tambor de Acero para pruebas de Micum Test superficie curva del tambor con una pestaña de 100mm , apuntan en dirección opuesta a la rotación del tambor. Los ángulos serian reemplazados si llegaran por el uso a 95mm. El tambor esta sostenida en 2 ángulos de 250mm de longitud, girando en 2 chumaceras horizontales soportados sobre una estructura montadas en ambos lados del tambor, el espacio entre el piso y el tambor debe ser no menor de 230mm ni mayor de 300mm el tambor es dotado por un contómetro para controlar las 25rpm con su sistema de parada el tambor tiene una apertura por donde es cargado y descargado el coke de 500x600mm la apertura estaría equipada con una tapa la parte interior de plancha de acero dulce de 10mm de la misma curvatura del tambor adicionando una empaquetadura para disminuir la perdida de polvo. Debemos tener bandejas adicionales de 1500x 110mm y 200mm de hondo de plancha galvanizada de 122mm para recibir la carga de coke con superficie inclinada de 45° para facilitar la recepción. Utilizaremos balanza de plataforma de capacidad máxima de 100kg. Y error de pesaje no exceda a 0.1 Kg. . El contenedor debe ser de 50Kg de capacidad de almacenamiento.

Fig. N ° 14. EL CILINDRO O TAMBOR PARA PRUEBA DE MICUM



La Elevación Lateral medio en la sección B-B

la elevación del fin medio en la sección A-A

### C) Muestreo

Una muestra total consistiría como mínimo de 200kg de coke la medida mas pequeña 20mm, pero cuando la medida de muestra de coke es mas grande de 20 mm esta medida nominal puede ser usada para la prueba de Micum Índice M40, M20, M10, esta muestra estaría sujeta a un análisis de medida de acuerdo a ISO 72 8.

El coke de estar separada por las siguientes fracciones de 20 a 31.5 mm, 35.5 a 40.0mm, 40.0 a63mm, 63.0 a 80mm, 80 a 100mm, y mayores de 100mm.( Los tamices con que se trabajo de acuerdo a norma y conveniencia de las partes

fueron lo que se indica mas adelante en F del presente capitulo. Expresión de resultados), Cada porción de prueba consistirá de  $50\text{kg} \pm 0.5\text{kg}$  de coke mas grande que 20mm y contendría la misma proporción de coke dentro de las fracciones de medida individual conforme es determinado desde el análisis de medida de la muestra total.

Para este calculo es secado previo en el horno ya que los coques analizados todos han excedido el 3% de humedad, cada muestra se hace por duplicado sobre porción muestra de 50kg como mínimo.

#### D) Procedimiento

La prueba de Micum ( 100 revoluciones ), para cada unas de las determinaciones se preparan muestras constantes de  $50\text{kg} \pm 0.5\text{kg}$  de coke como es descrito en la cláusula anterior y cárguelo al tambor, previamente vaciado y limpiado teniendo cuidado en quebrar el coke durante el cargado, y asegure que el tambor rote el tambor en una frecuencia de 25 rpm por 100 rpm, espere un minuto antes de abrir para permitir que se fije el polvo, remueva la puerta y vacíe el contenido del tambor en la bandeja, usando tamices de prueba m10, m20, m40 ,acumuladamente pesar las fracciones de medida de 10 mm y mas, anotando la masa de fracción de medida individual, pesar separadamente la fracción de medida menor de 10 mm y agregar también esta fracción a las fracciones pesadas acumulativamente., Los resultados son validos, el total de masa fracción de medida no difiera de la masa original de la porción de prueba en mas de 0.35 kg , si a través de perdida de material o errores la masa total exceda estos limites serán rechazados, pero si la perdida no exceda a 0.15 kg se redondea cada porcentaje del 1° lugar del decimal serán rechazados.

#### E) Expresión de resultados

Se expresa cada masa acumulada como se describe anteriormente, como un porcentaje de porción de prueba inicial de 50+-0.5kg, habiendo seguido el procedimiento. Agregue la pérdida de masa a las masas pesadas de la fracción de medida menor de 10mm. Previendo las condiciones expuesta en el procedimiento. Los rangos de repetibilidad se hizo por 2 pruebas cada una sobre una porción de prueba de 50kg constituida desde la muestra total, estos resultados finalmente si se realizan mas pruebas aceptadas estas será el promedio de todos. Aplicar las tolerancias límites para las determinaciones.

No son aceptadas tolerancias llevadas en diferentes laboratorios por que el transporte de una muestra de coke implica el riesgo de quebrado y de esa manera esa alteración de la distribución de medida y los Índices de Micum.

#### F) Resumen del método

En esta prueba de MT (Micum Test) como se verá en el Manual Practico de Operación en A y C del capitulo III 3.1.5 (preparación de muestra de acuerdo a normas) se ha preparado compósitos promedios de 200-240 Kg. para realizar 3 a 4 pruebas de MT (Micum Test) que dependerá del volumen de carga. Y otros de 240 gr. Se dejará en custodia de contra muestra. Posteriormente trabajar con tamices recomendadas y usadas en el Análisis de Granulometría para luego trabajar con tamaño de grano mayores a 20mm; se prepara muestras de 50 gr. (de cada compósito promedio de 210 Kg.) para la prueba de MT (Micum Test), luego ingresar al tambor a esto se llama Prueba Mecánica de MT (Micum Test).

Las mallas utilizadas fueron la m80, m63.5, m50, m37 y m25 (por conveniencia de las partes involucradas) y para la de MT se uso las mallas de m40, m25 y m10.

Tabla N ° 8  
**Preparación de Muestras para la Prueba de Micum Test 1**  
**(50 Kg.)**

# de Malla	Peso (Kg.)	% peso	Peso (Kg.)
m80	26.871	12.747	6.374
m 63.5	44.158	20.948	10.414
m 50	55.411	26.286	13.143
m 37	47.687	22.622	11.311
m 25	36.675	17.398	8.698
Σ	210.802	100.00	50.00

Tabla N ° 9  
**Resultado de la Prueba Micum Test 1**  
**(Se hizo dos pruebas)**

# de Malla	Peso (Kg.)	% peso	Peso (Kg.)
m 40	35.691	36.870	73.740
m 25	8.976	8.224	16.448
m 10	1.372	1.956	2.912
- m 10	3.611	2.950	5.900
Σ	49.650 (no válida error 0.350)	50.000 Kg. (válida)	100 %

Tabla N ° 10  
**Preparación de Muestra para la Prueba de Micum Test 2**  
**(50 Kg.)**

# de Malla	Peso (Kg.)	% peso	Peso (Kg.)
m80	29.458	14.309	7.154
m 63.5	54.660	26.551	13.275
m 50	55.961	27.183	13.592
m 37	43.537	21.148	10.574
m 25	22.254	10.810	5.405
Σ	205.870	100.000	50.00

Tabla N ° 11  
**Resultado de la Prueba Micum Test 2**  
**(Se preparó 2 pruebas)**

# de Malla	Peso 1° prueba (Kg.)	% peso	Peso 2° prueba (Kg.)	% peso
m 40	38.862	77.724	39.095	78.190
m 25	6.895	13.390	6.854	13.708
m 10	1.156	2.312	1.023	2.046
-m 10	3.087	6.174	3.028	6.056
Σ	50.000	100.00 (válido)	50.00	100.00 (válido)



Tabla N ° 12  
**Preparación de Muestra para la Prueba de Micum Test 3**  
**(50 Kg.)**

# de Malla	Peso (Kg.)	% Peso	Peso (Kg.)
m 80	38.864	19.432	9.716
m 63.5	59.264	29.632	14.816
m 50	58.052	29.026	14.513
m 37	32.392	16.196	8.098
m 25	11.428	5.714	2.857
Σ	200.00	100.00	50.00

Tabla N ° 13  
**Resultado de la prueba Micum Test 3**  
**(Se hizo una prueba)**

# de Malla	Peso (Kg.)	% peso
m 40	42.074	84.148
m 25	4.171	8.342
m 10	0.834	1.668
- m 10	2.921	5.842
Σ	50.000	100.00 (válido)

Resultado final que se Requiere es:

$$\text{Micum 40} = 73.740 + 77.724 + 78.190 + 84.148 / 4 = 78.451 \%$$

$$\text{Micum 25} = 8.342 + 13.390 + 13.708 + 8.342 / 4 = 10.948 \%$$

$$\text{Micum 10} = 1.668 + 2.312 + 2.046 + 1.668 / 4 = 1.923 \%$$

$$\text{Micum 10} = 5.900 + 6.174 + 6.056 + 5.842/3 = 5.993 \%$$

El resultado de la prueba de resistencia mecánica Micum Test es :

$$\text{Micum 40} = 78.451 \%$$

$$\text{Micum 10} = 5.993 \%$$

#### 4.1.3 Norma ISO 579 (prueba de análisis de humedad)

ISO 579 Norma Internacional se preparo por el comité técnico ISO/TC 27, para combustibles y minerales, el sub. Comité Técnico SC 5, todos los métodos de análisis. Esta tercera edición cancela y reemplaza la segunda edición (ISO 579:1981) que se ha revisado técnicamente.

##### A) Alcances

Esta norma internacional especifica un método para la determinación de humedad total del coke metalúrgico. Puede usarse también para la determinación de humedad de explosión el coke del horno; pero no fue nuestro trabajo.

##### B) Referencias y principios

Para las referencias sin fecha, la última edición del documento normado se aplica que es valida. Una muestra esta acalorado a temperatura de 120° a 200°C constante. El porcentaje de humedad es calculado por la diferencia en perdida de peso de la muestra total. El coke no es responsable de la oxidación bajo las condiciones especificadas.

##### C) Aparatos

Tiene que existir un horno secante capas de mantener los 120°C a 200°C constante y que no haya fuga de calor. También es apropiado secar a 105°C a 110°C constante que en nuestro caso trabajamos a esa temperatura. Usar bandeja, de 0.36m<sup>2</sup> en el área y 50mm de profundidad, de acero inoxidable. Balanza de 100 kg electrónico con error de 0.1 %. Y Tamices usados para análisis de granulometría

##### D) Muestra

La muestra para la determinación de la humedad total, tomado de acuerdo con ISO 9411-2 se contendrá un sello. Es esencial que las precauciones se tomen para prevenir perdida de humedad durante la prueba. Muestra que están

visiblemente mojadas y aquellos para que se espere que la humedad exceda el 15%, esta parcialmente seco antes de la reducción y división. Este secado al aire procede por la norma ISO13909-6, luego llevar al laboratorio para realizar la reducción la muestra final.

#### E) Procedimiento

Pese la bandeja, los tamices y luego agregue la muestra final, extienda uniformemente luego ingrese al horno todas las muestras a temperatura de 105°C después de 12 horas de un secado total retire los tamices con material de coke y finalmente retire la bandeja que va debajo de los tamices que recepcionaran en el secado y manipuleo del retiro de coke los finos. Pesar inmediatamente. Si hay cualquier duda del secado realizarlo a 120°C a 200°C para periodos extensos hasta cualquier cambio de masa no exceda 0.1%.

#### F) Expresión y resultados

La Humedad Total HT, expresado por la formula:

$$HT = \frac{(H1 - H2) - (H3 - H2)}{(H1 - H2)} \times 100$$

Donde:

H1: Es la masa , en Kg. , de la bandeja mas la muestra del mineral de coke (las bandejas eran de acero inoxidable que pesaban entre 2.119 y 2.395 Kg. , tenia que destararse para halar el peso húmedo neto total y el peso seco neto total ) .

H2: Es la masa, en Kg., de la bandeja seca, bacía; H3 Es la masa, en Kg. , de la bandeja mas la muestra del mineral después del secado El resultado de esta muestra se realizan en doble pesadas de tal manera el error en pesar se tome el doble como final seria el promedio de las 2 tomadas, luego el resultado final es el promedio de las determinaciones de todas las muestras realizadas.

#### G) Precisión

La tomada del doble se lleva a cabo para un buen resultado en las determinaciones por un periodo corto en el mismo laboratorio, por el mismo operador con los mismos aparatos y equipos. Los medios de los resultados dobles se realizaron en cada uno de las muestras.

#### H) Informe de prueba

El informe de la prueba incluirá las informaciones como siguen ; Una referencia a esta norma internacional, la identificación de la muestra, los resultados de la determinación, cualquier rasgo raro notorio durante la determinación, cualquier funcionamiento no incluye en esta muestra, o considera operativo y la fecha de determinación. (Como se ve en el cuadro superior expuesto)

#### 4.1.4 Norma ISO 728 (*prueba de análisis de granulometría*)

ISO 728 norma internacional, se preparo por el comité técnico ISO/TC 27, para combustibles y minerales, (el sub. comité SC3). Esta tercera edición cancela y reemplaza la segunda edición (ISO 728:1981) que se ha revisado técnicamente.

#### A) Alcances

Esta norma internacional especifica un método para el análisis del tamaño del coke de tamaño nominal encima y/o mayor que 20mm de manual zarandeo de tamices.

#### B) Referencias normativas

Las normas siguientes contienen los comestibles, que, a través de la referencia en este texto, constituya comestibles de esta norma internacional. En el momento de publicación, las ediciones indicaron valido. Al que las normas están sujeto a la revisiones celebrar acuerdos basados en esta norma internacional investigar la posibilidad de aplicar la mas recientes ediciones de las normas indicadas abajo, Los miembros del IEC y ISO mantienen registros de normas internacionales actualmente validas como: ISO 579:1981; ISO 1213-2:1992 combustible de mineral sólido; ISO3310-2:1990.

### C) Definición

Para los propósitos de esta norma internacional, las definiciones cedidas se aplican la ISO 1213-2. Como se definió genéricamente en el capítulo II 2.2 (definición de las normas ISO)

En el debido curso la ISO2309 se remplazara por ISO 13909-6 carbón duro ver siguiente (F).

### D) Aparatos

Cedazos de prueba obedeciendo ISO 3310-2, tendrá agujeros redondos o cuadrados. Estos son seleccionados según los requisitos de prueba y característica de la muestra, de tal manera que el peso en cualquier fragmento no exceda el 25% del peso total que se clasifica. Estos cedazos son de malla 125,100, 80, 71, 63,50, 40, 31.5, 20 y 10 todos en mm. (En el presente informe se trabajo con cedazos m100, m80, m50, m25 por conveniencia de las partes involucradas para esta prueba de análisis de granulometría como se vera en el cuadro de resultados). Es importante de vez en cuando verificar los cedazos descritos en ISO3310-2 para asegurar los agujeros que se encuentren dentro de las tolerancias especificadas, dañado los cedazos pueden llevar a errores serios en el análisis del tamaño de grano lo cual deben desecharse.

La balanza de peso debe ser una de 10 kg con cercano de error del 0.1%.

### E) Preparación de muestra de prueba

Toma dos muestras de la totalidad para la comprobación Física de acuerdo con ISO 2309. prepare uno de estas muestras para la determinación de la humedad satisfecho de acuerdo con ISO 2309 y lleve a cabo la determinación de acuerdo con ISO 579, si el volumen de humedad es mas alto que 5% . Use esta segunda muestra para el resto de la prueba. Los procedimientos de preparación de muestra finalmente se realizo como en la preparación de muestra final en los minerales de Pellets de Fe (combinando ambos tiene el mismo fin de proceso de preparación de muestra).

#### F) Procedimiento

Coloque el juego de cedazos en una pila en el orden de los tamaños de agujeros con el tamaño más pequeño al fondo, pero al final del fondo ya hay otra que es una bandeja donde van a pasar todos los de menor tamaño de grano. Pese la muestra de prueba en varias porciones si es necesario usando la balanza. En cada cedazo se debe cubrir no más del 75% del área para permitir que los más pequeños no caigan en el cedazo siguiente, esto se realiza con mucho cuidado y agitando manualmente sostenidos en la mano, suspendiéndolos libremente y moviéndolos horizontalmente con un desplazamiento de 75mm, con 50 oscilaciones cada uno para atrás y otro para adelante en un periodo de 30 seg. en esto está incluyendo de 40mm. Para entonces ya, se habrá separado en un recipiente cada muestra retenida en cada cedazo mejor dicho ya clasificado según tamaño y fragmento, sustraer la masa y pesar consecutivamente, se puede agregar los otros fragmentos y note la masa acumulativa después de cada suma, es preferible porque reduce el error del peso. El peso acumulativo debe estar en forma descendente de fragmentos del tamaño.

#### G) Expresión y Resultados

Es necesario calcular la masa acumulativa en cada arranque del cedazo con el tamaño del más grande al más pequeño del agujero, de las masas de los fragmentos del tamaño individual. Calcule la pérdida clara, es decir la diferencia entre la masa total de la muestra de la prueba antes y después de cribar y la masa total del coke. Si la pérdida es mayor que 0.4% de la masa original de la muestra de la prueba, rechace los resultados y lleve otra prueba extensa. Informe las masas acumulativas al 0.1kg más cercano y los porcentajes acumulativos al más cercano a 0.1%.

#### H) Informe de la prueba de tamaño de grano (Análisis de Granulometría)

El informe de la prueba incluirá lo siguiente;

- el método usado por la referencia de la norma internacional;
- una identificación completa de la muestra;

- los cedazos usados son agujeros cuadrados;
- la fecha de la prueba;
- los resultados expresaron de acuerdo a la cláusula G (expresión y resultados) ;
- cualquier rasgo raro se noto durante la determinación;
- cualquier funcionamiento no incluyo en esta norma internacional, o considero operativo

#### 4.1.5 NORMA ASTM D348-90 (PRUEBA DE ANALISIS QUIMICO)

##### A) Resumen

Para realizar esta prueba de análisis químico, en realidad se tomo la muestra final de reducción preparado y realizado en los A, B y F del capitulo III 3.1.5; pero para efectos de terminar en realizar dicha prueba se culmino con la norma ASTM D348-90 y criterios combinados de conceptos. Por eso mismo esta norma indica que son métodos de prueba que cubren un análisis rápido y relativamente barato para cantidad de carbono, poder calorífico, ceniza y azufre del coke metalúrgico. Esta prueba lo que nos compitió en el trabajo fue prácticamente una muestra de composito y representativo.

##### B) Aparatos

Los aparatos usados hasta la muestra final de medida como se explica en D del capitulo III 3.1.5, donde los equipos utilizados son una chancadora de quijada, un pulverizador, balanza analítica.

##### C) Procedimiento

Lo primero que se hizo fue la toma de muestra, preparación de muestra, final de reducción, aplastamiento y realizar un composito, llevando seguidamente por reducciones sucesivas que lógicamente dependen del volumen de desembarque para llegar a una muestra requerida a un promedio de 200 gr.

Dejando en malla +100 de 150 gr., y -m100 de 50 gr. Para que Sider Perú realicé su prueba en su laboratorio y poder comparar con sus resultados que entregaba Bureau Veritas, que lo enviábamos también en malla +100 de 148 gr. Y -m100 de 52 gr. Que, eran analizados y realizados en un laboratorio de EE.UU. y los resultados se entregaba a Sider Perú en 72 horas sin tener ninguna dificultad de retraso, al contrario siempre estuvieron agradecidos. No obstante se guardaba en custodia 200 gr. En malla m80 para Bureau Veritas como también quedaba como contra muestra en la misma Empresa de Sider en custodia por 6 meses.



CUADRO N ° 3:  
ANALISIS DE HUMEDAD DE COKE METALURGICO DE UN DESEMBARQUE DE  
30,800 TM. POR LA NAVE ENGIN KAPTANNOGLU.

N° de Muestras	Peso Neto Húmedo (Kg.)	Peso Neto Seco (Kg.)	Δ de Pesos (Kg.)	% de Humedad
1	1.650	1.558	0.092	5.905
2	1.646	1.553	0.093	5.998
3	1.590	1.496	0.094	6.283
4	1.661	1.562	0.099	6.338
5	1.605	1.523	0.082	5.384
6	1.670	1.580	0.090	5.696
7	1.728	1.662	0.066	3.971
8	1.699	1.591	0.108	6.788
9	1.626	1.541	0.085	5.515
10	1.660	1.581	0.079	4.996
11	1.719	1.617	0.102	6.307
12	1.638	1.546	0.092	5.950
13	1.657	1.581	0.076	4.807
14	1.644	1.563	0.081	5.182
15	1.738	1.653	0.085	5.142
16	1.669	1.576	0.093	5.901
17	1.687	1.597	0.090	5.635
18	1.650	1.556	0.094	6.041
19	1.601	1.519	0.082	5.398
Σ	31.538	29.855	1.683	<b>107.237</b>

Peso Promedio (% H)  $\Sigma = \frac{107.237}{19} = 5.644 \%$

**CUADRO N ° 4**

**RESULTADOS DE ANALISIS DE GRANULOMETRIA PARA COKE METALURGICO EN EL DESEMBARQUE DE  
30800 TM A LA PLANTA DE SIDER PERU**

muestras N° Mallas	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	Σ de pesos (Kg)	% en peso /malla	Peso acumulado (Kg)
+ m100	0.000	0.000	0.704	1.876	4.158	0.000	1.823	1.068	1.428	1.077	0.954	0.000	0.000	0.000	0.662	0.000	0.000	0.000	2.356	16.106	<b>1.402</b>	16.106
+m80	0.500	2.500	3.306	2.717	4.885	4.580	4.170	3.921	5.026	5.202	4.474	3.576	2.301	4.078	5.344	3.283	4.957	4.331	5.838	74.989	<b>6.530</b>	91.095
+m50	14.300	18.300	12.643	18.099	19.691	19.310	21.329	19.049	23.830	24.791	24.610	20.334	29.901	30.518	33.048	26.304	27.076	36.381	22.989	442.503	<b>38.530</b>	533.598
+m25	39.050	40.300	35.484	29.297	28.216	30.032	26.306	24.746	21.376	23.268	22.720	31.480	22.837	25.450	19.857	25.279	22.848	18.632	19.972	507.150	<b>44.159</b>	1040.748
-m25	6.100	5.000	3.461	6.320	7.006	5.609	6.266	8.512	6.337	5.973	7.020	6.666	3.907	3.486	3.718	4.915	5.393	4.809	4.219	107.717	<b>9.379</b>	<b>1148.465</b>
Σ	59.950	66.100	55.598	58.309	63.956	59.531	59.894	57.296	57.997	60.311	59.778	62.056	58.946	63.532	66.629	59.781	60.274	64.153	55.374	<b>1148.465</b>	<b>100.00</b>	

## CAPITULO V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 5.1 Conclusiones

- Se puede concluir que después de haber estudiado y ejecutado las normas JIS para minerales de Pellets de Fe y la norma ISO para minerales de Coke metalúrgico, mas los conocimientos obtenidos dentro de la Universidad se preparo efectivamente, Normas usadas para el control de calidad de mineral de Hierro y Coke Metalúrgico en el desembarque para la planta de Sider Perú ( como un manual de operaciones practico de trabajo para el pellets de Fe y coke metalúrgico ).
- En los Análisis de : Granulometría, Humedad, Químico (para Pellets de Fe ) y de igual manera para el mineral de Coke, se preparo un manual de operaciones.
- Se Concluye en un trabajo simple y practico pero eso si de mucha responsabilidad ya que la comercialización de estos minerales tienen mucho precio (millones de dólares), se debe realizar una buena toma de muestras, una buena preparación de muestra (por reducción llegar a lo necesario, por cuarteos mecánicos o con el uso del Divisor Rifle) y seguidamente realizar los análisis respectivos.

## 5.2 RECOMENDACIONES

- Siempre trabajar con el menor error posible tanto en pesos como en contaminaciones , ya que se trabajan con muestras pesadas ( 50 Kg. arriba ) y el manipuleo de esta cantidad no es sencillo para efectos de certificación de calidad de materiales, ya que a veces no se da importancia una caída de una partícula en un manipuleo, sin embargo ya se esta perdiendo pesos mayores de 1 gramo y así en varias operaciones ya se puede convertir en un trabajo fatal, lo que significaría incapacidad y poca disciplina en respetar normas internacionales.
- Sider Perú trabajaba en su control de calidad sin ninguna norma técnica, solo como se dice gracias a experiencias de algunos profesionales , que dejaron experiencias pero mas no toda una marcha lo que debe y dice una norma técnica. Se recomienda corregir esto, lo cual implicaría un trabajo más técnico y profesional.
- Los profesionales a operar y trabajar deberían ser profesionales de carrera de Ingeniería Metalúrgica por que existen conceptos y criterios específicamente de profesión y mas no otros. Sider Perú mismo sabe que así debe ser.

## BIBLIOGRAFIA

1. **International Organization of Standard** – ISO 579, COKE – Determination of total moisture – 1999.
2. **International Organization of Standard** – ISO 728, COKE – Size analysis by sieving– 1995
3. **American Society for testing and Materials** – ASTM D346-90, Collection and preparation of coke sample for laboratory analysis- 1990.
4. **American Society for testing and Materials** – ASTM D3402, Standard Method of tumbler Test for COKE- 1981.
5. **International Organization of Standard** – ISO 556, COKE – Determination of mechanical strength – 1980.
6. **Japanese Industrial Standard- JIS M8710** – Methods of sampling, size determination, moisture. Determination and Physical characteristics. Determination of Iron ore Pellets – 1976.
7. **Ministerio de Energía y Minas**, reporte de Producción minera del 2004.
8. **Instituto Fraser**, Encuesta anual de Compañías Mineras 2003/2004.
9. **Banco Central de Reserva del Perú**, reporte del Ministerio de Economía y Finanzas del Perú 2004.

## **ANEXOS**

- Descripción del procedimiento de trabajo para el coque metalúrgico desembarque en SiderPerú – Chimbote.
- Diagramas de Preparación de muestras
- Norma JIS M 8710;
- NORMA ISO 556;
- NORMA ISO 579 ;
- NORMA ISO 728;
- NORMA ASTM D346-90

**NORMAS USADAS PARA EL CONTROL DE CALIDAD DEL  
MINERAL DE HIERRO Y COKE METALURGICO EN EL  
DESEMBARQUE PARA LA PLANTA DE SIDER PERU -  
CHIMBOTE**

..

Elaborado por:  
Ing. Abelino Velásquez L, Supervisor - Inspector  
BUREAU VERITAS - CHIMBOTE

## DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO PARA EL COKE METALURGICO DESEMBARQUE EN SIDERPERU - CHIMBOTE

### **1.0 TOMA DE MUESTRA (TORRE I):**

- En un cuaderno anotar ordenadamente

### **II.O PREPARACIÓN DE MUESTRAS (LABORATORIO - ACERO):**

- Primera etapa de preparación de muestra mayor para (AG., AH., AQ., y MT)  
Ejecutables para AG
- Segunda etapa preparación de muestra menor para (AH., AQ., MT y contra muestra)
- Ejecutables para AH., AQ., MT., y contra muestra.
- En un cuaderno anotar ordenadamente.

Estas son marchas que se prepararon combinando las normas ISO 556 (MT), ISO 579 (H), ISO 728 (AG), ASTM D 346-90 8AQ) y la norma nsM 8100 para AG, AQ, AH como recomendaciones que al fin de cuentas tenían en común con las normas anteriores mencionadas, más los conceptos teóricos y criterios obtenidos en la universidad 10 cual se hizo cumplir de manera estricta como exigen las normas.

NOTA:       AG = Análisis Geométricos  
                  AQ = Análisis Químico  
                  AH = Análisis de Humedad  
                  MT = Prueba de Micun Test.

### ANEXO:

NORMAS TECNICAS Y CONSTANCIAS DE TRABAJO.

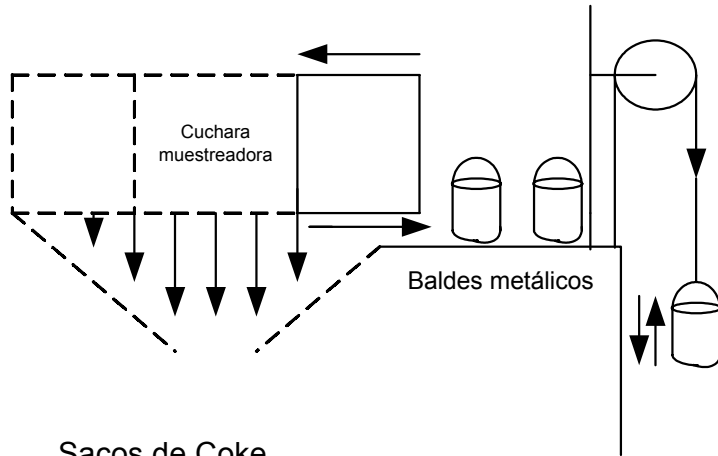
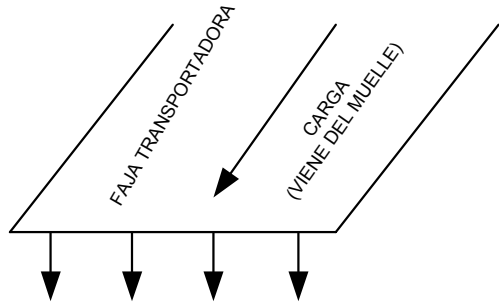
Elaborado por:  
Ing. Abelino Velásquez L.  
Supervisor - Inspector  
BUREAU VERIT AS - CHIMBOTE

Chimbote, Mayo 2000

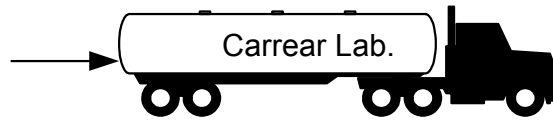
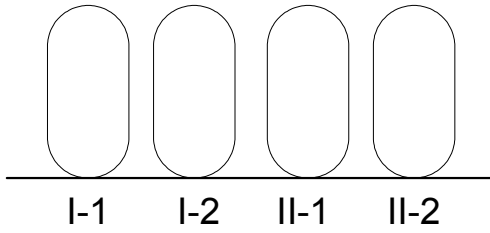


## **1.0.- TOMA DE MUESTRA TORRE N° 1 COKE METALURGICO:**

- Toma de muestra C/2000 TM por 10 veces (220 Kg.) en coordinación con el operador del muelle vía telefónica esto esta dependiendo de la cantidad de carga que transporta la faja (velocidad de carga), comúnmente por turnos de descarga 4000 TM salvo fallas de operación de faja y/o en muelle, etc.
- La cuchara muestreadora equivale a 22 Kg., por cada vez que se toma, es manipulada eléctricamente, estas son vaciadas a los baldes metálicos, etc.  
Estos baldes pesan 11.50 Kg. más la carga del coke estaría pesando 33.5 Kg.
- Para luego ser bajados por una soga y una polea desde los altos de la torre a la superficie del suelo, seguidamente ser vaciados a unos sacos de plastificados con una bolsa plástica grande interna, así evitar pérdidas de humedad y contaminaciones y ser trasladadas al laboratorio.
- Una cuchara se denomina una sub-muestra (sub muestra I en 2 sacos) con 10 tomas de sub-muestras entonces será: I-1, I-2, II-1, II-2, III-1, III-2,...IX-1, IX-2, X-1, X-2 (20 sacos)  
Estas se etiquetan con cintas, adicionalmente se anota la hora de desembarque y el peso de la descarga que va a la hora por cada tomada.  
Esto estaría garantizando una buena toma de muestra y evitando confusiones.  
Al mismo tiempo son anotados a un cuaderno de control periódicamente; con lo cual se estaría mostrando la eficiencia del trabajo, para lo que se requiere mínimo 2 personas. Area de trabajo por la Torre 1 (arriba y abajo). En el cual se indicaron la hora de desembarque peso de descarga que va a la hora por cada tomada y observaciones (parada de descarga indicando motivos, etc.)



Sacos de Coke



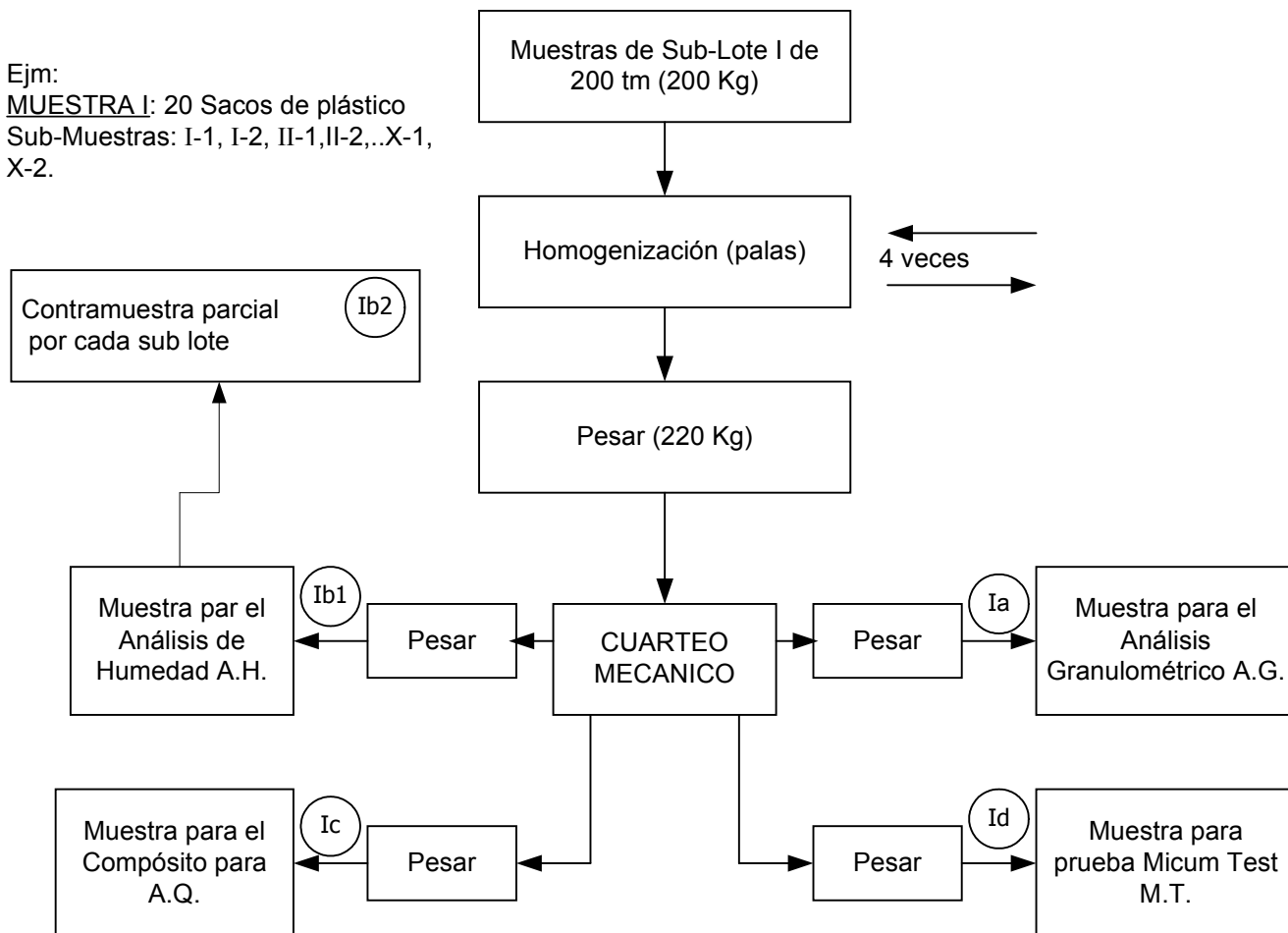
**II.0.- PREPARACION DE MUESTRAS COKE METALURGICO**  
**(LABORATORIO-ACERO)**

1era ETAPA: PREPARACION DE MUESTRAS PARA AG, AH, AQ, MT  
(MUESTRA MAYOR)

VIENE DE LA TORRE 1 (DESCARGA)

Ejm:

MUESTRA I: 20 Sacos de plástico  
Sub-Muestras: I-1, I-2, II-1,II-2,..X-1,  
X-2.



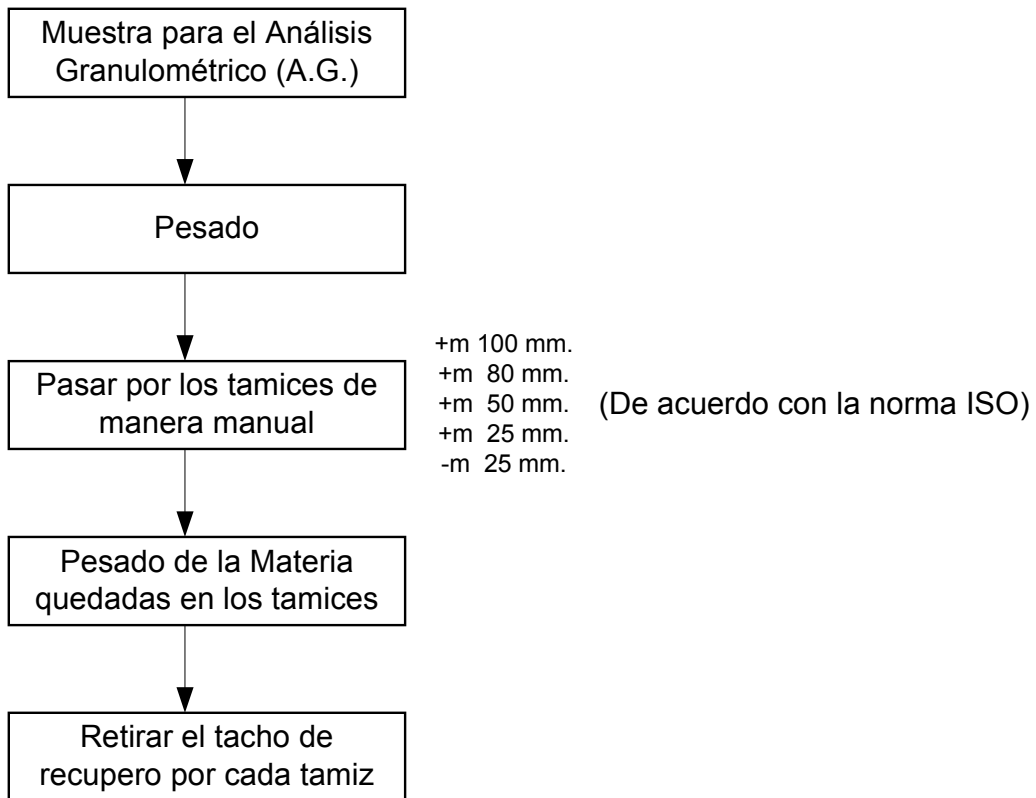
NOTA: Recipiente de cuarteadores pesan 12 Kg. (220 Kg. x 19 = 3.960 TM (Mover))

Ia, Ib,Ic, Id: Muestra mayor por su peso.

Esto es una marcha, que así sucesivamente se realizaran para las muestras II, III, IV, ....., X

2da ETAPA: PREPARACION DE MUESTRAS MENORES (200 GR – 3.5 kg)

**Ia** ANALISIS DE GRANULOMETRIA (A.G.)

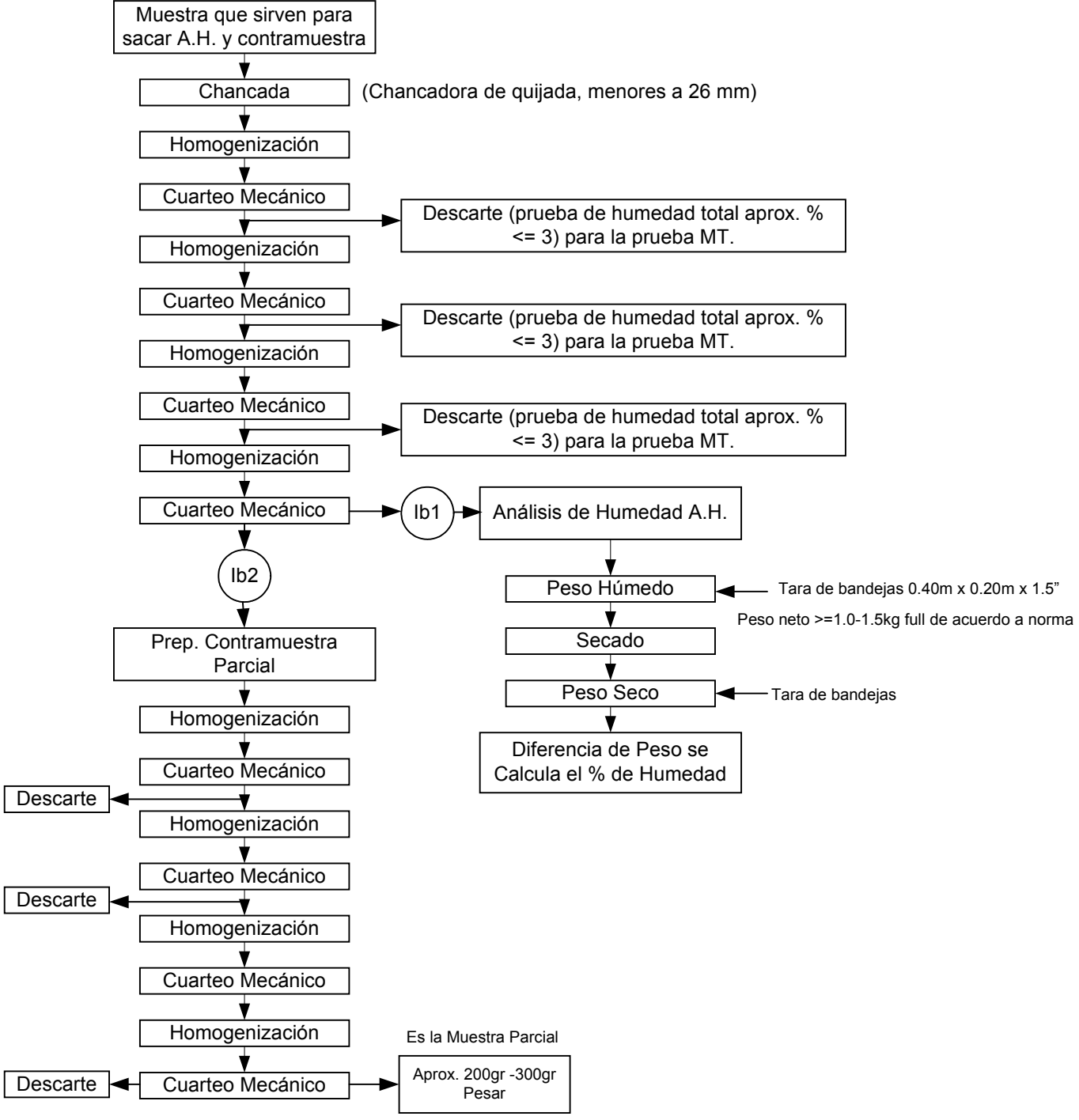


NOTA: Tamices de Acero

1.0m X 0.60m X 2½”

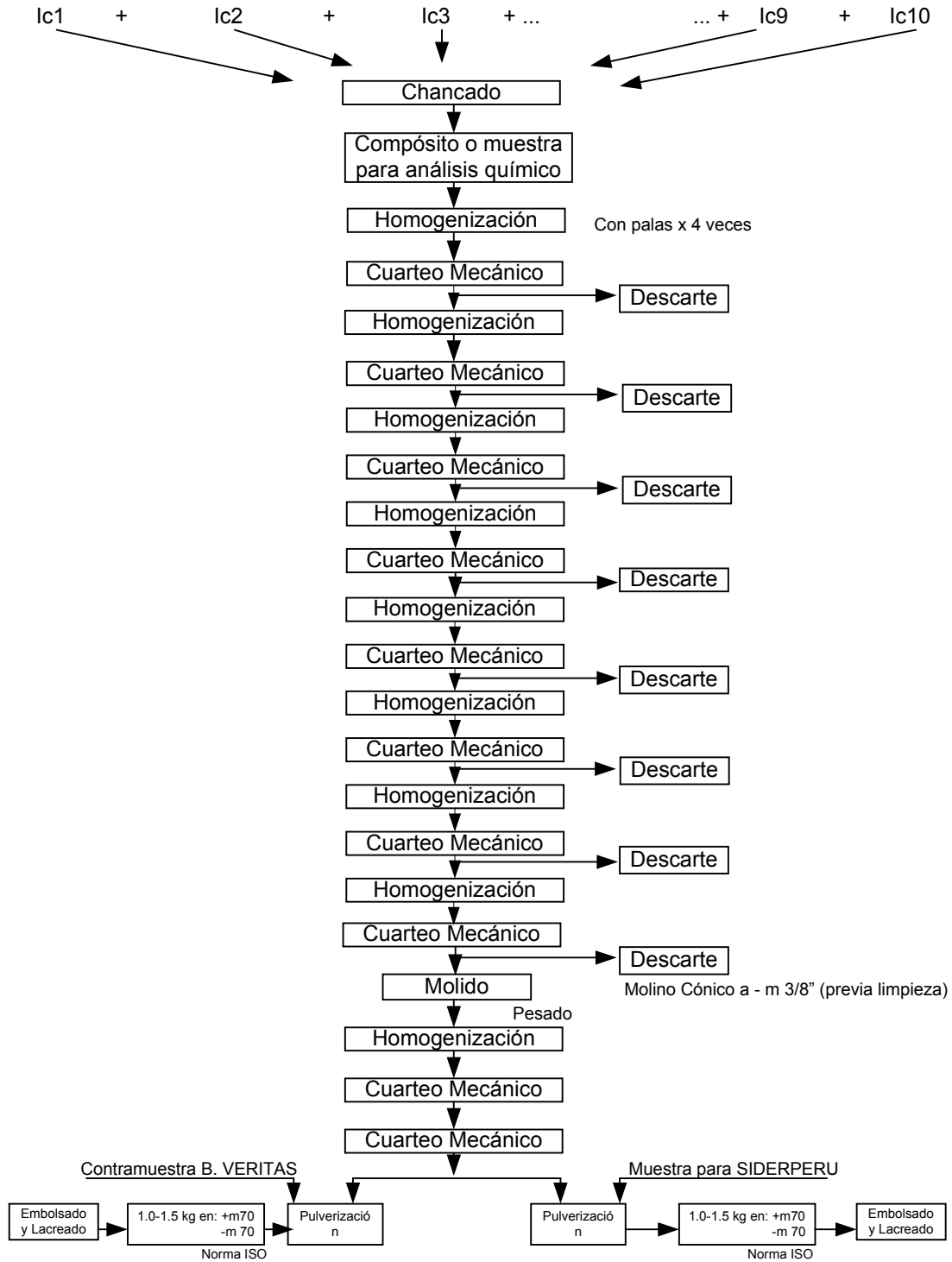
**Ib MUESTRA PARA ANALISIS DE HUMEDAD A.H. Y**

**Ib2 PREPARACION CONTRAMUESTRA PARCIAL POR CADA SUB - LOTE**



Ic

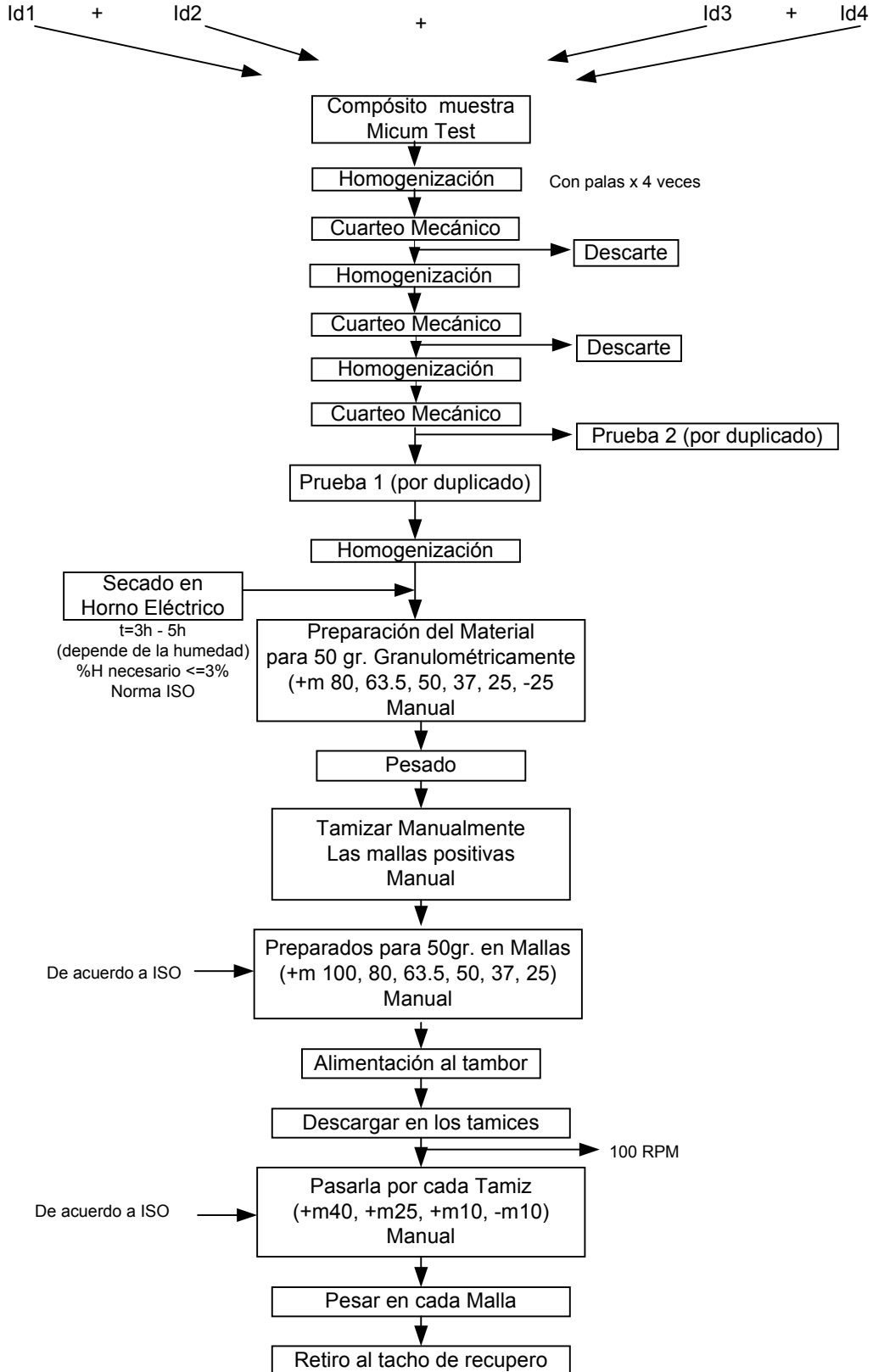
## MUESTRAS PARA COMPOSITO Y PREPARAR MUESTRAS PARA EL ANALISIS QUIMICO A.Q.



Id

## PRUEBA DE MICUM TEST (M.T.) %H ≤ 3

Se deben realizar mínimo 3 a 4 pruebas de humedad relativa para así llegar a u % H ≤



## DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO PARA EL PELLETS DE HIERRO DESEMBARQUE EN SIDERPERU - CHIMBOTE

### **1.0 TOMA DE MUESTRA (TORRE I):**

- En un cuaderno anotar ordenadamente

### **II.O PREPARACIÓN DE MUESTRAS (LABORATORIO - ACERO):**

- Primera etapa de preparación de muestra mayor para (AG., AH., y AQ.)  
Ejecutables para AG
- Segunda etapa preparación de muestra menor para (AH., AQ., y contra muestra)
- Ejecutables para AH., AQ., y contra muestra.
- En un cuaderno anotar ordenadamente.

Estas son marchas que se prepararon combinando las normas ISO 556 (MT), ISO 579 (H), ISO 728 (AG), ASTM D 346-90 8AQ) sobre todo la norma JISM 8100 para AG, AQ, AH como recomendaciones que al fin de cuentas tenían en común con las normas anteriores mencionadas, más los conceptos teóricos y criterios obtenidos en la universidad lo cual se hizo cumplir de manera estricta como exigen las normas.

NOTA:        AG = Análisis Geométricos  
                  AQ = Análisis Químico  
                  AH = Análisis de Humedad

### ANEXO:

NORMAS TECNICAS Y CONSTANCIAS DE TRABAJO.

Elaborado por:  
Ing. Abelino Velásquez L.  
Supervisor - Inspector  
BUREAU VERIT AS - CHIMBOTE

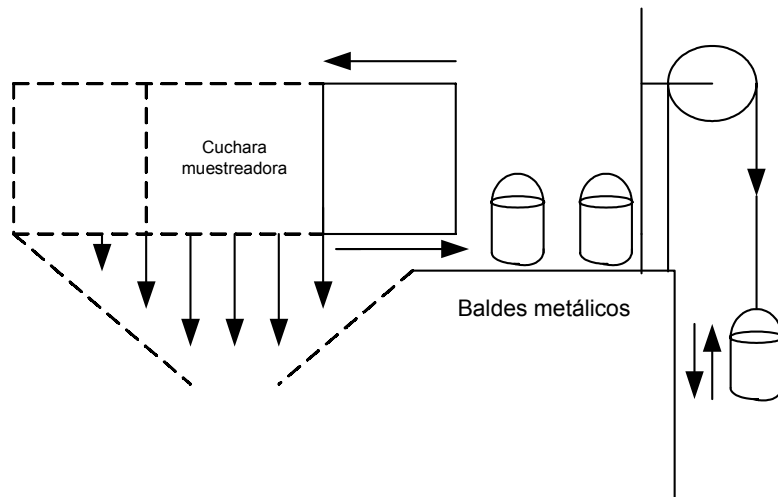
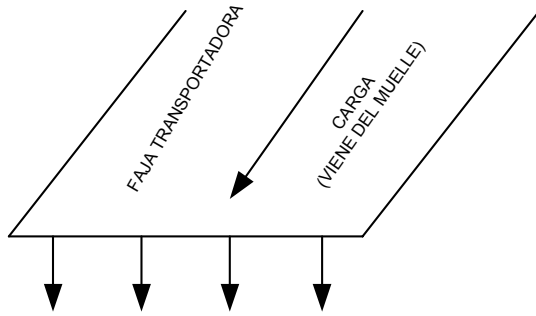
Chimbote, Mayo 2000



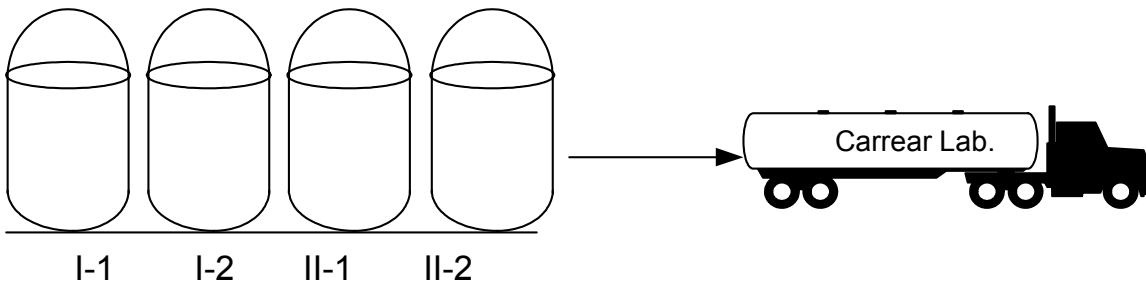
### **1.0.- TOMA DE MUESTRA TORRE N° 1 PELLETS FIERRO:**

- Toma de muestra C/2000 TM por 3 veces (240 Kg.) en coordinación con el operador del muelle vía telefónica esto esta dependiendo de la cantidad de carga que transporta la faja (velocidad de carga), comúnmente por turnos de descarga 4000 TM (8-9 TM/minuto) 80salvo fallas de operación de faja y/o en muelle, etc.
- La cuchara muestreadora equivale a 80 Kg., es manipulada eléctricamente, estas se reciben en dos baldes metálicos vaciando de la cuchara muestreadora a estos baldes, c/balde pesa 11.50 Kg. más la carga sería 51..5 Kg. Para lo cual se requiere de dos operadores
- Esta es bajada por una polea y una soga desde los altos de la torre a la superficie del suelo, para luego ser vaciados a los baldes de plástico que pesan un promedio de 1 Kg. Para luego ser trasladado al laboratorio.
- Una cuchara se denomina una sub-muestra (sub muestra I en 2 baldes se denominará I-1, I-2) y como son 3 cucharas c/2000 TM por lo tanto existirán, II-1, II-2 y III-1, III-2 (6 baldes)
- Estos son etiquetados con cintas anotando adicionalmente la hora de la descarga y el peso que va por cada toma de muestra.

# PELLETS



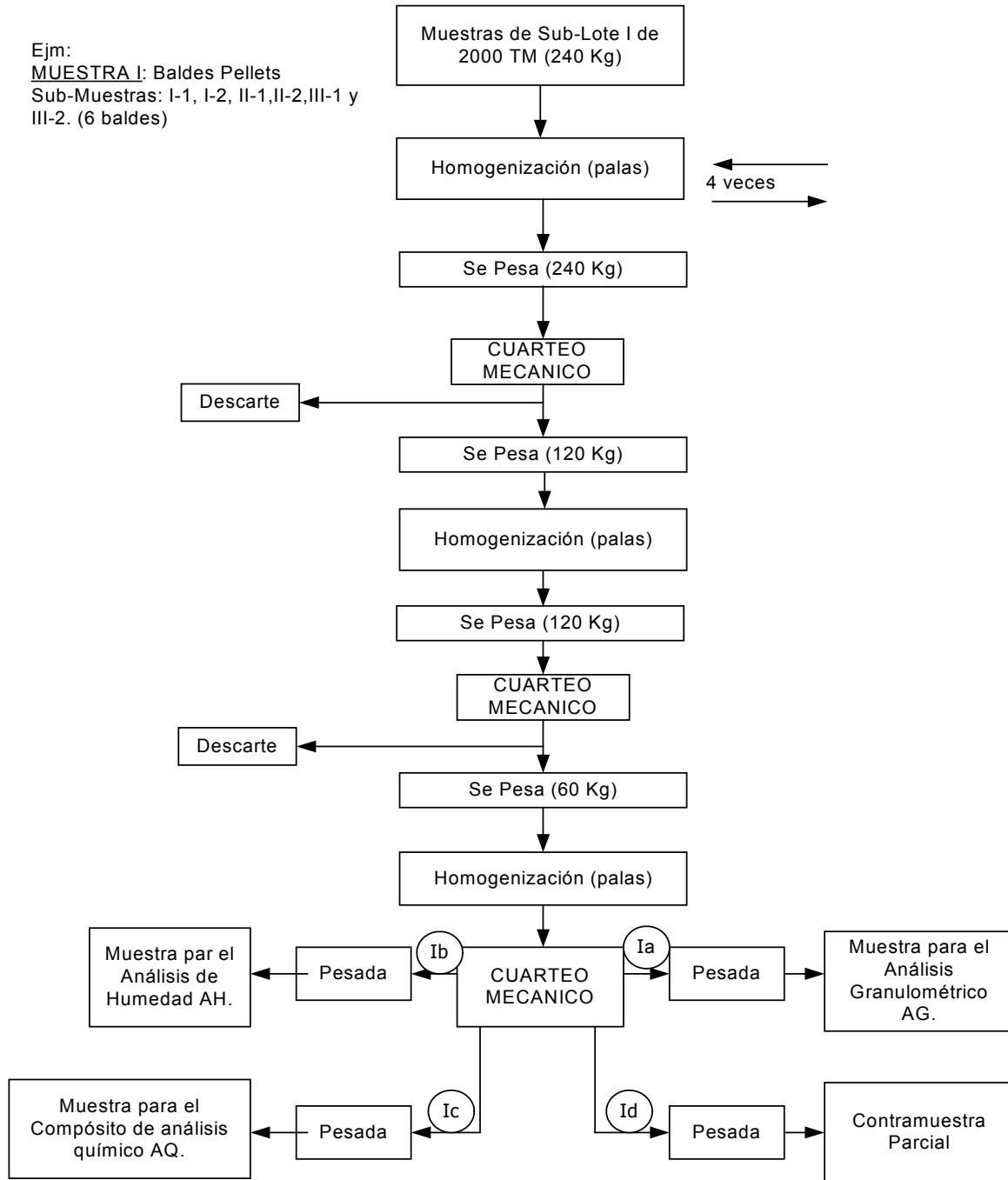
## Baldes de plástico



# PREPARACION DE MUESTRAS PELLETS DE FIERRO

## 1era ETAPA: PREPARACION DE MUESTRAS PARA AG, AH, AQ, Y CONTRAMUESTRA PARCIAL (MUESTRA MAYOR) VIENE DE LA TORRE 1 (DESCARGA)

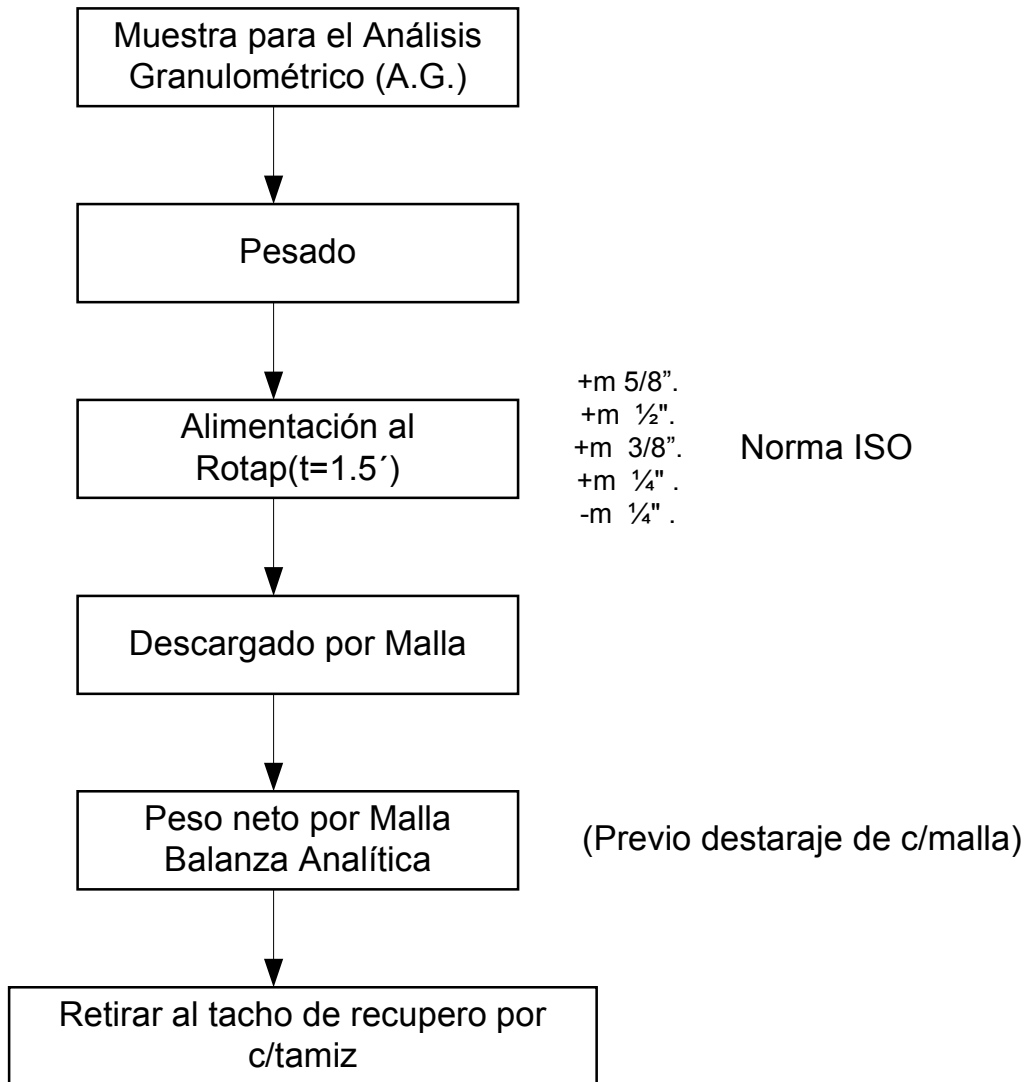
Ejm:  
MUESTRA I: Baldes Pellets  
Sub-Muestras: I-1, I-2, II-1, II-2, III-1 y III-2. (6 baldes)



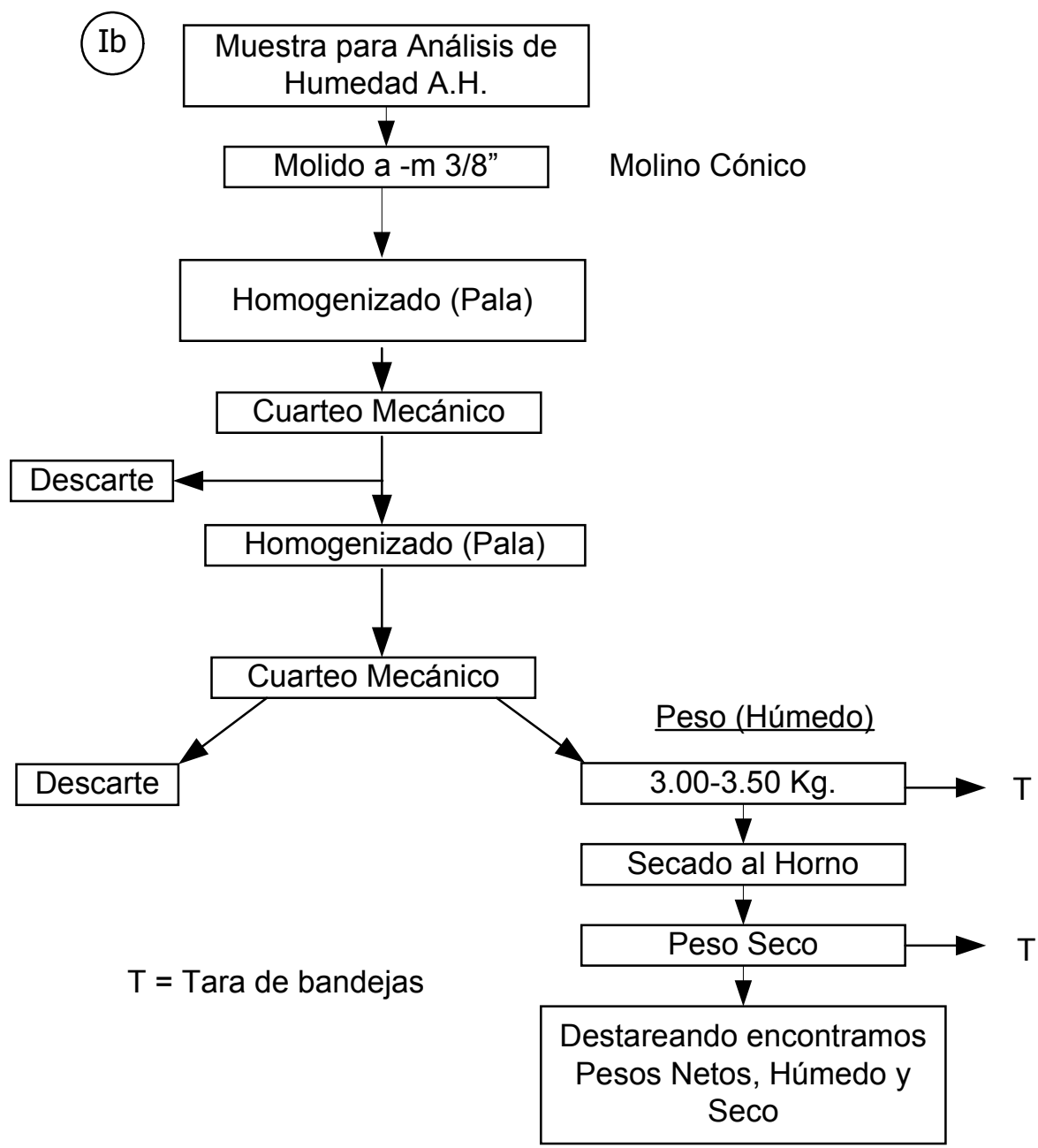
Es una marcha y así sucesivamente para las Muestras II, II, .... Ia, Ib, Ic, Id: Muestras Mayores por su peso.

Ia

## ANALISIS DE GRANULOMETRIA A.G.



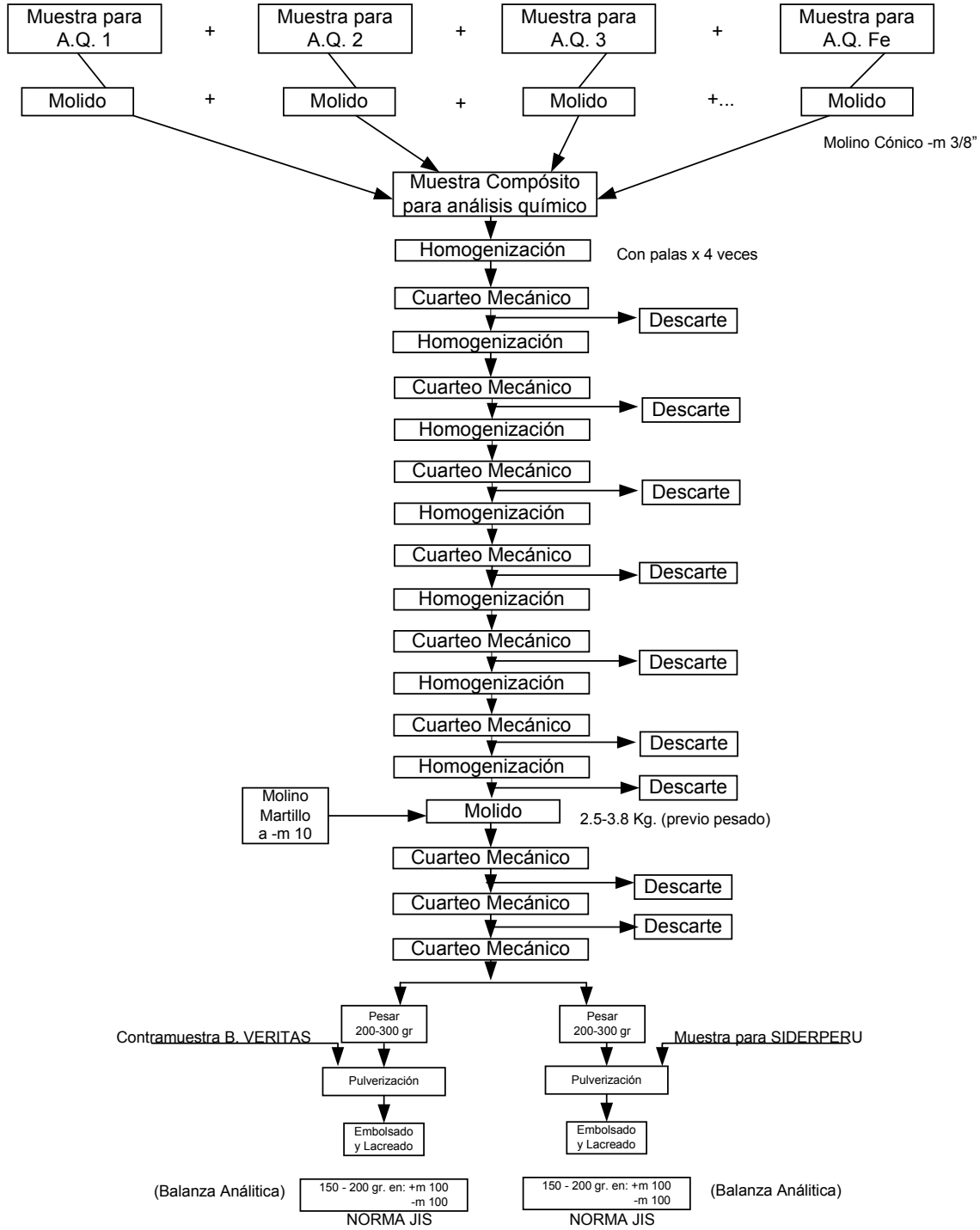
Ib) PREPARACION DE LA MUESTRA MAYAOR DE A.H. A UNA MUESTRA MENOR PARA EL ANALISIS DE HUMEDAD ESTO SE REALIZA AL FINAL DE HABER PREPARADO LAS MUESTRAS MAYORES, Y ASI PONER UNA SOLA VEZ A TODAS LAS MUESTRAS A SECAR EN EL HORNO 100 °C. MAXIMO.



2da ETAPA : PREPARACION DE MUESTRAS MENORES (200gr – 3.5 Kg.)

Id

Muestra para composito ó preparación de muestra menor para el Análisis Químico (A.Q.)





# JIS

**JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD**

**Methods of Sampling, Size  
Determination, Moisture  
Determination and Physical  
Characteristics Determination  
of Iron Ore Pellets**

**JIS M 87 I O - 1976**

**Translated and Published**

**by**

**Japanese Standards Association**



# C O N T E N T S

	(Page)
1. Scope .....	1
2. General .....	1
2.1 Definitions .....	1
2.2 Sampling .....	3
2.3 Installation for Mechanical Sampling and Sample Preparation .....	6
2.4 Preparation of Samples .....	7
2.5 Split-Use and Multiple-Use of a Sample .....	7
2.6 Determination of Average Quality .....	7
2.7 Rules for Rounding off of Numerical Values .....	7
2.8 Precautions .....	8
3. Methods of Sampling .....	8
3.1 Belt Sampling .....	8
3.2 Wagon Sampling .....	10
3.3 Hatch Sampling .....	11
4. Methods of Sample Preparation .....	11
4.1 Methods of Sample Division .....	11
4.2 Preparation of Test Sample for Size Determination .....	15
4.3 Preparation of Test Sample for Moisture Determination .....	16
4.4 Preparation of Final Sample for Chemical Analysis .....	16
4.5 Preparation of Sample for Physical Testing .....	16
5. Methods for Size Determination .....	18
5.1 Summary .....	18
5.2 Sample .....	19
5.3 Sieving Basis .....	19
5.4 Test Sieves .....	19
5.5 Sieving Apparatus .....	19
5.6 Drying Oven .....	19
5.7 Weighing Device .....	19
5.8 Sieving Procedure .....	20
5.9 Calculation and Test Report .....	21

6.	Method for Moisture Determination .....	22
6.1	Summary .....	22
6.2	Sample .....	22
6.3	Apparatus .....	22
6.4	Procedure .....	22
6.5	Calculation .....	22
6.6	Test Report .....	23
7.	Test Report for Physical Characteristics .....	23
7.1	Tumbler Strength .....	23
7.2	Crushing Strength .....	24
7.3	Reducibility .....	24
7.4	Swelling Index .....	24
7.5	Crushing Strength after Reduction .....	24
7.6	Other Physical Characteristics .....	24
Attached Figures		
1.	Increment Shovels .....	25
2.	Diagrammatic Illustration of Primary Samplers (Examples) .....	26
3.	Riffle Divider .....	27
Appendix		
1.	Method of Hatch Sampling .....	28

Methods of Sampling, Size Determination, Moisture  
Determination and Physical Characteristics M 8710-1976  
Determination of Iron Ore Pellets

1. Scope

This Japanese Industrial Standard specifies the methods for taking samples, methods for preparation of samples, methods for size determination, method for moisture determination and procedure for physical characteristics determination of a consignment of iron ore pellets, hereinafter referred to as "pellet", for the purposes of determination of the average quality of the consignment.

- Remarks
1. This standard has been established, as a rule, by applying the requirements given in JIS M 8100 and JIS M 8105.
  2. The methods of sample preparation for physical testing and the practices for determination of the physical characteristics of iron ore sinters should be the relevant requirements given in this standard.

2. General

2.1 Definitions For the purposes of this standard, the following definitions apply:

- (1) Consignment A quantity of a pellet as agreed upon between the parties concerned and to be delivered at one time.
- (2) Increment A quantity of a pellet taken as a sample from a consignment by a sampling device in a single motion; also a quantity taken from a sample in the increment division method.
- (3) Manual Sampling Process to take the sample consisted of increments of the required mass and number from a consignment with a shovel or other sampling devices manageable by human labor.
- (4) Mechanical Sampling Process to take the sample consisted of increments of the required mass and number from a consignment with a sampling device of such mechanism as activated by mechanical power.

- (5) Sub-Sample A quantity of a pellet consisting of several increments; also a composite of several increments after having been prepared individually, where such is required.
- (6) Gross Sample The quantity of a pellet consisting of all of the increments or all of the sub-samples taken from a consignment for the purposes of determination of the average quality of the consignment; also the composite of all of the increments or all of the sub-samples after having been prepared individually, where such is required.
- (7) Final Sample The sample obtained after having been completed the specified preparation of division and/or comminution, placed in a container, sealed hermetically, packed and identified with required information.
- (8) Size Sample Any sample taken for the determination of size fraction contents of the consignment. The sample subject to size testing is called "test sample for size determination".
- (9) Moisture Sample Any sample taken for the determination of moisture content of the consignment. The sample subject to moisture testing is called "test sample for moisture determination".
- (10) Sample for Chemical Analysis Any sample taken for the determination of chemical composition of the consignment. The sample prepared, packed and sealed is called "final sample for chemical analysis".

Remark: The sample taken from the final sample for chemical analysis and subject to determination of an element is called test portion.

- (11) Sample for Physical Testing Any sample taken for the determination of physical characteristics of the consignment. The physical characteristics referred to in this standard cover tumbler strength, crushing strength, reducibility, swelling index, apparent specific gravity, specific gravity, porosity, shatter strength and others.
- (12) Sample for Tumbler Strength Any sample taken for the determination of tumbler strength of the consignment. The sample subject to tumbler strength testing is called "test sample for tumbler strength".
- (13) Sample for Crushing Strength Any sample taken for the determination of crushing strength of the consignment. The sample subject to crushing strength testing is called "test sample for crushing strength".

Remark: The sample taken from the sample which has been completed the reducibility test for the determination of crushing strength after reducibility test is called "sample for crushing strength after reduction", and the sample subject to testing is called "test sample for crushing strength after reduction".

- (14) Sample for Reducibility Any sample taken for the determination of reducibility of the consignment. Of a set of samples for reducibility that sample to be placed in the reduction tube and subject to reduction testing is called "test sample for reduction", and the sample subject to chemical analysis is called "sample for chemical analysis for reducibility".

- (15) Sample for Swelling Index Any sample taken for the determination of swelling index of the consignment. The sample subject to swelling index testing is called "test sample for swelling index".
- (16) Sample for Apparent Specific Gravity and Sample for Specific Gravity Any sample taken for the determination of apparent specific gravity and specific gravity respectively of the consignment. A single pellet of the sample subject to apparent specific gravity testing is called "test sample for apparent specific gravity", and the sample of about 20g. having specified particle size subject to specific gravity testing is called "test sample for specific gravity".
- (17) Sample for Shatter Strength Any sample taken for the determination of shatter strength of the consignment of a sinter. The sample subject to shatter strength testing is called "test sample for shatter strength".
- (18) Maximum Particle Size The particle size of a sample of pellet expressed by corresponding size aperture of the sieve on which approximately 5% in mass of the sample is retained.
- (19) Whole-Through Sieve Size The maximum particle size of a pellet sample expressed by the minimum size aperture of the sieve through which one hundred percent of the sample is passed.
- (20) Quality Variation within Strata The quality variation between increments taken from within the equally divided quantities of a pellet, and it is expressed by standard deviation  $\sigma_w$ . In the case of the wagon sampling it is the quality variation between increments taken from the pellet within wagons.
- (21) Quality Variation between Strata The quality variation between the equally divided quantities of a pellet, and it is expressed by standard deviation  $\sigma_s$ . In the case of the wagon sampling it is the quality variation between wagons.
- (22) Split-Use and Multiple-Use of a Sample The split-use of a sample designates that the sample is split into several parts and these are used separately for the determination of two or more quality characteristics. The multiple-use of a sample designates that the sample in its entirety is used for the determination of one quality characteristic, thereafter the same sample in its entirety or part is used for the determination of other quality characteristics.

## 2.2 Sampling

2.2. Kinds of Sampling The methods of taking the increments from a consignment should be the three kinds as given below, depending upon the means of pellet transportation, pellet handling facilities and the place of taking the increments. The method of sampling to be applied to a single consignment may be any one of these kinds or a combination of any of these.

- (1) Belt Sampling When the pellet is conveyed by means of a belt conveyor, that method of taking the increments from the pellet on the belt conveyor or from the falling pellet stream at the discharge end.

2.2.6 Classification of Quality Variation

- (1) The magnitude of quality variation of a pellet shall be classified with respect to iron contents, size fraction content and tumbler strength as given in Table 2.

Table 2. Classification of Quality Variation

Classification of quality variation	Quality variation within strata ( $\sigma_w$ ) or between strata ( $\sigma_b$ ) %		
	Iron content	Size fraction content	Tumbler strength
Large	1.0 and over	5 and over	1.5 and over
Medium	0.7 and up to 1.0	3 and up to 5	1.0 and up to 1.5
Small	Under 0.7	Under 3	Under 1.0

- (2) When the magnitude of quality variation of a pellet is not known, the "large" quality variation shall be applied to the pellet. In this case, by conducting check experiments the classification of quality variation shall be decided at an earliest opportunity.
- (3) When the magnitude of quality variation of a pellet has changed, the classification of quality variation shall be reviewed and changed immediately by negotiation between the parties concerned.
- (4) In the case when a sample is intended for split-use or multiple-use of the sample, the larger classification of quality variation shall be applied for determining the number of increments of the sample.

2.2.7 Method of Taking Increments

- (1) Each increment shall be taken at one time by a single motion in such a manner as to ensure that all of the increments have an almost uniform mass. However, if it is difficult to take by a single motion, each increment may be taken by several motions from a point selected at random.

- Remarks
1. The "almost uniform mass" means that the variation in masses of increments is less than 20% in terms of coefficient of variation (CV).
  2. When the masses of increments are not in an almost uniform mass and if sub-samples or the gross sample is intended to constitute, these increments may be divided individually to have an almost uniform mass at an appropriate stage of the sample preparation, and then these divided increments shall be combined.
  3. If the size testing is intended to carry out on the individual increments separately, the masses of increments may not have an almost uniform mass.

(2) Wagon Sampling When the pellet is delivered by means of a train of wagons, that method of taking the increments from the pellet during loading onto or discharging from the wagons.

Remark: When the pellet is delivered by a number of trucks, the method of wagon sampling should be applied.

(3) Hatch Sampling When the pellet is delivered by an ocean vessel, that method of taking the increments from the pellet in the vessel holds during the handling operation.

2.2.2 Time and Place to Carry out Sampling Sampling shall be carried out at the time of delivery of a consignment during shifting of the consignment.

2.2.3 Method of Sampling Sampling shall be carried out, for all of the kinds of sampling, by the periodic systematic sampling with a random start.<sup>(1)</sup>

Note <sup>(1)</sup> The term "periodic systematic sampling with a random start" designates, e.g., when the pellet of a consignment is shifted from one place to another, that method of taking the increments individually from equi-mass intervals of the pellet shifted and the first increment is taken from the pellet within the first equi-mass interval at a point selected at random.

2.2.4 Overall Precision <sup>(2)</sup> This standard is designed to attain, on the average, the overall precision at about 95% ( $\beta=2\sigma$ ) probability level with respect to average quality of the consignment as given in Table 1.

Table 1. Overall Precision

Quality characteristic	Mass of consignment, t			
	27,000 to 210,000	150,000 to 100,000	70,000 to 45,000	15,000 to 5,000
Iron content	$\pm 0.2\%$	$\pm 0.3\%$	$\pm 0.3\%$	$\pm 0.4\%$
Size fraction content <sup>(3)</sup> (-5 mm)	$\pm 0.8\%$	$\pm 0.9\%$	$\pm 1.0\%$	$\pm 1.2\%$
Tumbler strength (-1 mm index)	$\pm 0.3\%$	$\pm 0.3\%$	$\pm 0.4\%$	$\pm 0.5\%$

Notes <sup>(2)</sup> The overall precision ( $\beta_{0.95}$ ) used in this standard includes the precision of sampling ( $\beta_s$ ), precision of sample division ( $\beta_d$ ), and precision of measurement ( $\beta_m$ ), and it is expressed by twice the standard deviation in terms of absolute percentage.

These precision figures apply to -5mm undersize content (%) of pellets; and when the level of -5mm content of a consignment exceeds 5% the precision figures twice the above-listed figures are attained.

2.2.5 Minimum Mass of Increment The minimum mass of increment shall be 20 kg or over.



(2) The devices to take increments shall be as given below.

In case of manual sampling: increment shovels given as examples in Attached Fig. 1;

In case of mechanical sampling: primary samplers given as examples in Attached Fig. 2.

(3) The interval between taking increments shall be an equi-mass of the pellet throughout the whole consignment and it shall not be changed during the course of sampling.

- Remarks
1. The interval between taking increments shall be decided so that the actual number of increments is not smaller than the specified number, by selecting the interval smaller than that calculated.
  2. If the interval is changed, under a compelling situation the groups of increments obtained before and after the change of interval shall be kept separately, and at an appropriate stage of the sample preparation the separate groups of increments shall be combined in proportion to the rate of quantities handled to prepare the samples, or otherwise the weighted mean should be obtained from the average qualities determined separately by applying the quantities handled separately as the "weights".
  - (4) When the increments of a planned number have been taken and the pellet handling has not been completed, additional increments shall be taken at the same interval until the pellet handling operation is completed.
  - (5) When the quantity of the gross sample or sub-samples is smaller than the total mass required for various testing (size determination, moisture determination, physical characteristics determination, etc.) either the mass of increment or the number of increments shall be increased beforehand.

2.3 Installation for Mechanical Sampling and Sample Preparation The basic requirements necessary to construct and operate installations for mechanical sampling and for sample preparation shall be as given below.

2.3.1 The installation shall be constructed robustly so that the required functions are achieved all the time during the operation, suitable to the properties of various types of pellet and capable of attaining the requirements given in this standard.

Remark The sampling installation to be used for pellets and iron ores may be the same installation or separate installations.

2.3.2 At the time when an installation for sampling or sample preparation is newly constructed or modified, by conducting check experiments immediately, absence of bias and attainment of the specified precision with respect to the average quality of a consignment shall be ascertained.

2.3.3 Prior to operation of the installations for mechanical sampling and sample preparation, a quantity of the same pellet taken beforehand from the consignment to be sampled shall be passed through the entire installations in order to wash out possible contamination.



## 2.4 Preparation of Samples

2.4.1 Test Sample for Size Determination Each increment, each sub-sample or the gross sample in its entirety, without crushing, shall be prepared according to the requirements given in 4.2 to obtain the test sample for size determination.

2.4.2 Test Sample for Moisture Determination Each increment, each sub-sample or the gross sample shall be crushed and divided according to the requirements given in 4.3 to obtain the test sample for moisture determination.

Remark When the test sample for moisture determination is prepared from the test sample for size determination which has been finished the size testing, the preparation shall be started immediately so as not to alter the moisture content.

2.4.3 Final Sample for Chemical Analysis Sub-sample or the gross sample shall be constituted and be comminuted and divided according to the requirements given in 4.4 to obtain the final sample for chemical analysis.

2.4.4 Test Sample for Tumbler Strength Each sub-sample or the gross sample shall be prepared according to the requirements given in 4.5.2 to obtain the test sample for tumbler strength.

2.4.5 Test Sample for Crushing Strength Each sub-sample or the gross sample shall be prepared according to the requirements given in 4.5.3 to obtain the test sample for crushing strength.

Remark : The test sample for crushing strength after reduction shall be prepared from the test samples for reduction having been completed the reduction testing according to JIS M 8713.

2.4.6 Test Sample for Reduction The gross sample shall be prepared according to the requirements given in 4.5.4 to obtain the test samples for reduction.

2.4.7 Test Sample for Swelling Index The gross sample shall be prepared according to requirements given in 4.5.5 to obtain the test samples for swelling index.

2.5 Split-Use and Multiple-Use of a Sample The split-use or multiple-use of a sample is permissible for the size determination, moisture determination and chemical analysis, provided that the rules of sample division for each of these samples are fulfilled.

2.6 Determination of Average Quality The values of size fraction contents, moisture content and physical characteristics obtained according to the requirements given 5., 6. and 7. respectively of this standard and the values of constituents of chemical composition obtained according to the respective methods for chemical analyses established in the separate Japanese Industrial Standards shall be the average quality of the consignment.

2.7 Rules for Rounding off of Numerical Values The rules specified in JIS Z 8401 shall be applied.

## 2.8 Precautions

2.8.1 The methods of sampling and sample preparation to be applied shall be ascertained by conducting check experiments, so that the methods are attainable the specified precisions and bias is not introduced in the results.

2.8.2 Throughout all the procedures of sampling and sample preparation, the sample shall be protected from any alteration and introduction of foreign materials.

2.8.3 Throughout all the procedures of sampling and sample preparation, the safety of the operators and the security of environment shall be accomplished.

2.8.4 If particular requirements of this standard are deemed difficult to be applied, an alternative method as agreed upon between the parties concerned may be applied in lieu of the requirements under consideration.

## 3. Methods of Sampling

### 3.1 Belt Sampling

3.1.1 Location of Taking Increments Each increment shall be taken when the pellet is shifted by a belt conveyor for pellet handling at its fixed location or at its fixed discharge end.

3.1.2 Number of Increments The minimum number of increments required to be taken from a consignment shall be obtained from Table 3 according to the mass of consignment and the classification of quality variation.

Table 3. Minimum Number of Increments Required

Mass of consignment (t)		Quality variation with respect to $\sigma$			Approximate sampling precision ( $\beta$ )%		
Over	Up to and including	Large	Medium	Small	Iron content	Size fraction content (-5 mm)	Tumbler strength (-1 mm index)
270,000		260	130	65	0.15	0.70	0.22
210,000	270,000	240	120	60	0.16	0.73	0.23
150,000	210,000	220	110	55	0.16	0.76	0.24
100,000	150,000	200	100	50	0.17	0.80	0.25
70,000	100,000	180	90	45	0.18	0.84	0.36
45,000	70,000	160	80	40	0.19	0.89	0.28
30,000	45,000	140	70	35	0.20	0.96	0.30
15,000	30,000	120	60	30	0.22	1.03	0.32
5,000	15,000	100	50	25	0.24	1.13	0.35
2,000	5,000	80	40	20	0.27	1.26	0.40
1,000	2,000	60	30	15	0.31	1.46	0.46
500	1,000	40	20	10	0.38	1.79	0.56
	500	30	15	8	0.43	2.04	0.64

Remark: If the increments of a number given in Table 3 are taken from a consignment, sampling precision ( $\beta$ ) with respect to iron content, size fraction content and tumbler strength will be attained those approximate values given in the right most three columns of Table 3.

3.1.3 Sampling Interval The interval between taking increments to obtain the specified number of increments in 3.1.2 shall be calculated by the following formula:

$$\text{Sampling interval (t)} < \frac{\text{Mass of consignment (t)}}{\text{No. of increments given in Table 3}}$$

3.1.4 Method of Taking Increments The first increment of a sample shall be taken from a point selected at random within the first sampling interval, and thereafter starting from this point increments shall be taken at regular sampling intervals calculated by 3.1.3.

3.1.5 Procedure of Taking Increments Each increment shall be taken by one of the methods given below.

- (1) In the case of mechanical method of sampling, take increments at a selected point of belt conveyor, from the full width and thickness of the pellet stream.
- (2) In the case of manual method of sampling, take increments at a selected point of the stopped belt conveyor from a segment of length over three times the maximum particle size and full width and thickness of the pellet stream.

Remark: When the mass of increment taken from a full width and thickness of the pellet stream is excessively larger than that required by 2.2.5, each increment of the specified mass may be taken from part of the full width and thickness of the pellet stream, after having been confirmed that there is no introduction of bias in the sample with respect to the average quality of the consignment.

3.1.6 Primary Sampler When the increments are taken from a consignment using the mechanical sampling installation, the basic requirements that shall be adhered to are as given below. Examples of several types of the primary sampler are shown in Attached Fig. 2.

- (1) The primary sampler shall be installed at a point in the pellet handling facility where the entire consignment passes through. For example, at a discharge end of the main belt conveyor.

Remark: For the selection of a discharge end of the main belt conveyor, it is preferable to select the point as near as possible to the pellet handling facility for the acceptance or formation of the consignment.

- (2) The cutting aperture of the primary sampler (dimension 'A' in Attached Fig. 2) shall be three times or over of the maximum particle size of the consignment. The construction of the primary sampler shall have a sufficient capacity, and be not to allow the overflowing of the sample and not to allow the clogging of chute of the sampler.
- (3) The pre-set travelling speed of the primary sampler installed at a discharge end of the belt conveyor shall be uniform during the course of cutting a full cross-section of the pellet stream.

- (4) The installation shall be so constructed as capable of discarding the pellet and foreign materials introduced into the primary sampler before taking the increments.

3.1.7 Other Requirements In the case of breakdown of the installation during the course of mechanical sampling, by shifting the mechanical method to the other method within the framework of this standard, the increments of a required number shall be taken.

### 3.2 Wagon Sampling

3.2.1 Location of Taking Increments Each increment, as a rule, should be taken from a new pellet surface exposed within wagons during the course of pellet handling.

3.2.2 Number of Increments The minimum number of increments required to be taken from a consignment shall be selected by either (1) or (2) as given below.

- (1) When a quantity of 200 t or over of pellet is forming a consignment, according to the classification of quality variation of the pellet, the minimum number of wagons required given in Table 4 shall be selected and each of two increments shall be taken from the selected wagons.
- (2) When a quantity of less than 200 t of pellet is forming a consignment, the method shall be as agreed upon between the parties concerned.

Table 4. Minimum Number of Wagons to be Selected

Mass of consignment (t)		Quality variation between wagons ( $\sigma_1$ )								
		Large			Medium			Small		
		Quality variation within wagons ( $\sigma_2$ )								
Over	Up to and including	Large	Medium	Small	Large	Medium	Small	Large	Medium	Small
15,000	30,000	145	125	110	115	90	75	85	60	45
5,000	15,000	95	80	70	80	65	55	65	45	35
2,000	5,000	50	45	40	45	40	30	40	30	20
1,000	2,000	30	25	25	30	25	20	30	20	15
500	1,000	20	15	15	20	15	10	20	15	10
200	500	9	8	7	8	8	7	7	7	6

Remarks 1. The number of increments to be taken from each of the selected wagons has been based on a 30 t capacity wagon, if the capacity of different ton is used, the number of increments shall be obtained by the following formula:

$$\text{No. of increments to be taken from each selected wagon} = 2 \times \sqrt{\frac{\text{Capacity of wagon (t)}}{30 (t)}}$$

The calculated number shall be a whole number by rounding up the decimal fractions thereof.

2. If the total number of increments [ (number of increments from each selected wagon) x (number of selected wagons) ] is less than the value given in Table 3, the number of increments to be taken from each selected wagon shall be increased so as to obtain a larger number than that given in Table 3.

3.2.3 Method of Taking Increments The number of increments shall be selected according to 3.2.2, the interval between selecting sample wagons be by a periodic systematic method at approximately equi-mass intervals and the number of selected wagons be obtained according to Table 4. The selected wagons shall first be decided, and each of two increments be taken from points selected at random according to 3.2.1.

Remark: In spite of the requirements 3.2.2, the increments may be taken from all of the wagons forming a consignment. In this instance, the number of increments to be taken from each wagon shall be obtained by the following formula:

$$\text{No. of increments to be taken from each wagon} = \frac{\text{No. of increments given in Table 3}}{\text{No. of wagons forming the consignment}}$$

The calculated number shall be a whole number by rounding up the decimal fractions thereof.

3.3 Hatch Sampling The requirements for the hatch sampling shall be according to Appendix 1.

#### 4. Methods of Sample Preparation

##### 4.1 Methods of Sample Division

- (1) The sample division shall be conducted by one or more of the following methods either individually or jointly:

- (a) division by riffle divider ;
- (b) increment division method
- (c) division by mechanical dividing apparatus.

- (2) Where the sample division of uncrushed pellets is conducted, the method of division by riffle divider or the method of division by mechanical dividing apparatus should be, as a rule, applied. Where the sample division is conducted after having been crushed the pellets, any of the methods given in (1) above may be applied.

- (3) The sample division, as a rule, should be conducted on the sample crushed to under 20 mm in terms of whole-through sieve size.

Remark: The whole-through sieve size of a sample should not be required to confirm by passing the sample through the sieve. The required size should have been confirmed by setting the opening size of discharge end of a crusher and the size of sample obtained by the pre-set opening.

---

4.1.1 Division by Riffle Divider

- (1) The appropriate size of the riffle divider relative to the whole-through sieve shall be selected from Table 5.

Table 5. Whole-Through Sieve Size and Riffle Divider Number

Whole-through sieve size mm		Riffle divider number
Over	Up to and including	
10	20	50
10	15	30
5	10	20
3	5	10
	3	6

- Remarks
1. The dimensions and structure of each of the riffle dividers are shown in Attached Fig. 3 as examples.
  2. The angle between both sides of the riffle chute ( $\theta$ ) in Attached Fig. 3 shall be 60 degrees or less.
  3. The number of riffles shall be an even number.
  4. The sample receivers shall be fitted tightly to the openings of the divider and be so constructed as not to allow scattering of fine particles.
  5. The inside surface of the riffle divider shall be flat and smooth, and those rusted shall not be employed.

- (2) The rules for sample division shall be either one of the followings:

- (a) When each increment or each sub-sample is subjected to sample division Table 6 shall be applied.

Table 6. Rule for Division of Individual Increment or Sub-Sample

Whole-through sieve size up to and including mm	Minimum mass of sample after division kg
20	20
15	10
10	2
5	
0.42	0.2

- (b) When the gross sample is subjected to sample division, Table 7 shall be applied.

Table 7. Rule for Division of Gross Sample

Whole-through sieve size up to and including mm	Minimum mass of sample, after division kg
20	200
15	100
10	25
5	10
3	5
1.5	2
0.42	

- Remarks
1. The sample of a given particle size shall not be divided further to a mass smaller than that specified in Tables 6 and 7.
  2. Except for the preparation of moisture sample, if the sample is excessively wet, the sample division should be conducted after having been dried at an appropriate stage of sample division by means of either air drying in room or a drying oven (the drying temperature shall not be exceeded 110°C).
  3. Where the preparation of sample for physical testing is conducted on either each sub-sample or the gross sample, the processes of division shall be repeated until to obtain the quantity as specified in 4.5 with no reference to the rules of sample division given in Tables 6 and 7.

- (3) The sample division by a riffle divider shall be carried out by the following procedure:

Place the sample into a container and divide it into two portions by dropping the sample into the riffles uniformly. Select at random one of the two divided samples.

Remark: When the riffle divider is employed, care shall be taken so as not to clog the riffles and chutes.

#### 4.1.2 Increment Division Method

- (1) The specifications for the shovel to be employed for the increment division method for a sample shall be as given in Table 8.



Table 8. Whole-through Sieve Size and Shovel Number for Increment Division

Whole-through sieve size up to and including mm	Shovel number for increment division	Thickness of layer of spread sample mm
20	20 D	35 to 45
15	15 D	30 to 40
10	10 D	25 to 35
5	5 D	20 to 30
3	3 D	15 to 25
1	1 D	10 to 15
0.25	0.25 D	5 to 10

- (2) The number of increments in the increment division method shall be selected according to the requirements given below.
- Division of a gross sample : 20 or over
  - Division of each sub-sample : 10 or over
  - Division of each increment : 4 or over (as taken from a consignment)
- (3) The increment division of a sample shall be carried out by the procedure given below.

Spread the sample on a smooth and flat surface, e. g., on a steel plate, into a rectangular having uniform thickness as given in Table 8; divide the spread sample into equal parts of the number selected by 4.1.2. (2); take with a shovel for increment division (see Attached Fig. 1) each of one increment (shovelful) from all of the parts (select the portions at random in each of the parts); and combine all of the increments (shovelfuls) to obtain a sample after division. In this instance, insert the shovel to the bottom of the sample layer with a bumper plate inserted vertically in front of the shovel to obtain an increment (shovelful) from a part.

**Remark:** There are significant segregation of coarse and fine particles in the sample of pellet before comminution, and, therefore, care shall be taken so as not to introduce bias in the sample obtained by the increment division method, with respect to particle size composition. For example, it is recommended that the sample is separated with a sieve having 5 mm aperture size, and the increment division may be carried out separately for the oversize fraction and the undersize fraction.

#### 4.1.3 Division by Mechanical Dividing Apparatus

- (1) Dividing Apparatus There are two types of dividing apparatus : one is the constant-mass division (4) and the other is the fixed-rate division (5). The appropriate type shall be selected according to the respective purposes, accordingly.



4.3 Preparation of Test Sample for Moisture Determination Each increment, each sub-sample or the gross sample shall be subjected to start for sample preparation immediately, and the test sample for moisture determination of 1 kg or over be prepared. When the gross sample is used, two test samples for moisture determination shall be prepared.

- Remarks
1. The test sample for moisture determination shall be handled so as not to alter the moisture of the sample, and the measurement be started immediately.
  2. When it is not possible to start immediately the measurement, the sample obtained shall be placed in a moisture-proof container and be kept at a place where temperature and humidity have the least effect.
  3. It is recommended to prepare the test samples for moisture determination from each of the sub-samples.
  4. When the test sample for moisture determination is intended to prepare by the increment division, the shovel for sample division two-rank smaller than that specified in Table 8 may be employed. However, this test sample for moisture determination shall not be the subject for multiple-use of a sample for the determination of other quality characteristics.

#### 4.4 Preparation of Final Sample for Chemical Analysis

4.4.1 Each increment, each sub-sample or the gross sample shall be subjected to repeated comminution and division according to the requirements given in 4.1, and the sample thus obtained be pulverized to 0.25 mm or under and then the final sample for chemical analysis of a required number, each 100 grams or over, shall be prepared. When the preparation is conducted on an increment basis or a sub-sample basis, after having been dried the sample at a temperature below 110°C at an appropriate stage of the sample preparation, the gross sample shall be obtained by combining samples of a fixed mass for the case of an increment basis, or by combining samples proportional to the individual numbers of increments for the case of a sub-sample basis.

4.4.2 The sample obtained by 4.4.1 shall be placed in containers, sealed, and marked with the required items of identification in order to obtain a set of the final samples for chemical analysis.

4.4.3 The number of final samples for chemical analysis, as a rule, should be four intended for the seller, the purchaser, arbitration, and reserve.

4.4.4 The final sample for chemical analysis in reserve shall be retained for six months.

#### 4.5 Preparation of Sample for Physical Testing

4.5.1 The gross sample, or specifically such is required each sub-sample, shall be sieved with a 5 mm square apertures sieve, and the sample retained on the 5 mm sieve without carrying out crushing be divided according to the requirements given in 4.1. The sample for physical testing of approximately 250 kg for the gross sample, or of 100 kg or over for each sub-sample shall be prepared.

Remark: The requirements for preparation of test samples for various physical characteristics of sinters shall be according to the respective separate Japanese Industrial Standards.

Notes <sup>(4)</sup> The constant-mass division is a method to obtain divided samples having almost uniform mass regardless of the variation in masses of samples to be divided.

<sup>(5)</sup> The fixed-rate division is a method to obtain divided samples having such masses as to be proportional to the varied masses of samples to be divided.

(2) Rule for Sample Division The constant-mass division and the fixed-rate division by the increment division shall be carried out according to Table 9. The rule for sample division for fixed-rate type dividers other than above shall be according to Tables 6 and 7.

Table 9. Rule for Sample Division by Mechanical Dividing Apparatus of Constant-Mass Division Type

Whole-through sieve size, up to and including mm	Minimum mass of increment (out) to be taken by a single motion g	Minimum number of increments (cuts) to be taken from sample		
		Gross sample	Sub-sample	Increment (from consignment)
20	1,000	20	10	4
10	400	20	10	4
5	200	20	10	4
3	100	20	10	4
1	50	20	10	4

- Remarks
1. Each sub-sample shown in Table 9 shall be so constituted as a composite of a fixed number of increments having an almost uniform mass.
  2. In the case of mechanical increment division apparatus, masses of increments (cuts) shall be an almost uniform mass.
  3. When the mechanical dividing apparatus is provided newly or modified, the apparatus shall be confirmed for achievement of the precision and unbiasedness after check experiments.
  4. Prior to the sample division operation, inside of the dividing apparatus shall be cleaned, introduction of foreign materials be prevented, and a quantity of the pellet taken from the same consignment to be sampled shall be passed through the apparatus to wash out the possible contamination.

4.2 Preparation of Test Sample for Size Determination Each increment, each sub-sample or the gross sample as obtained shall be divided without crushing according to the requirements given in 4.1, and the test sample for size determination be prepared.

Remark: It is liable to introduce bias in the size sample when the division is carried out by the increment division method, and, therefore, it is preferred to prepare the test sample for size determination by the method of riffle divider.

4.5.2 Test Sample for Tumbler Strength The test samples for tumbler strength and the reserve sample shall be prepared from the sample for physical testing according to the requirements given in 4.1 and the procedures given below.

- (1) In the case of gross sample, two pairs (2 x 2 = 4 samples) of test samples for tumbler strength each approximately 25 kg and a reserve sample of approximately 100 kg shall be prepared.
- (2) In the case of each sub-sample, one pair (2 samples) and one sample for retesting, three samples altogether, of the test samples for tumbler strength each approximately 25 kg shall be prepared. The remainders of the sub-samples shall be combined to obtain a gross sample, and from this sample the reserve sample stated in (1) above shall be prepared.
- (3) The remainder of the samples obtained after the procedures (1) and (2) above shall be kept aside as the retained sample for test samples for other physical characteristics.
- (4) The samples prepared according to (1) and (2) above shall be dried thoroughly at a temperature of  $105 \pm 5^\circ\text{C}$  ( $105^\circ\text{C} \pm 5\text{K}$ ), be sieved once again with a 5 mm square apertures sieve to discard the material passed through the 5 mm sieve. The test samples for tumbler strength of the specified mass as given in JIS M 8712 shall be prepared for each sample.

Remark: The unit and numerical values given in ( ) used in this standard are the expression of the International System of Units (SI), and are given for reference.

4.5.3 Test Sample for Crushing Strength The retained sample obtained by 4.5.2 (3) shall be divided by applying the relevant requirements given in 4.1 without crushing, and a sample of approximately 2 kg having the size range as agreed upon between the parties concerned for the gross sample to obtain the sample for crushing strength. This sample shall be dried thoroughly at a temperature below  $110^\circ\text{C}$ , pellets of the specified number as agreed upon between the parties concerned be selected at random, and the pellets thus obtained shall be the test sample for crushing strength.

Remark: The number of pellets required for a test should be, as a rule, obtained from the following formula :

$$n = \left( \frac{2\sigma_r}{\beta} \right)^2$$

where,  $n$ : number of pellets required for a test;

$\sigma_r$ : standard deviation determined for each grade of pellet (kg);

$\beta$ : required precision at about 95% ( $\beta=2\sigma$ ) probability level, and is set at  $\beta = 15$  kg.

4.5.4 Test Sample for Reduction and Sample for Chemical Analysis for Reducibility After having been prepared the test sample for crushing strength according to 4.5.3 from the retained sample obtained by 4.5.2 (3), without crushing this sample, it shall be divided by applying the relevant requirements given in 4.1, a sample of approximately 4 kg having the size range as agreed upon between the parties

concerned shall be prepared for the gross sample, and the sample thus obtained shall be the sample for reducibility. Two pairs of samples ( $2 \times 2 = 4$  samples), each approximately 500g and 2 kg in total, of the test samples for reduction shall be taken. One sample for chemical analysis for reducibility of approximately 500g shall be taken, and the sample for chemical analysis for reducibility shall be prepared by applying the relevant requirements given in 4.4.

- Remarks
1. When the size range of test sample for reduction is decided between the parties concerned, care shall be taken for the application of permissible tolerance specified in JIS M 8713.
  2. The drying conditions for the sample subject to reduction testing shall be according to the requirements given in JIS M 8713.

4.5.5 Test Sample for Swelling Index After having been prepared various test samples for physical testing in sequence according to 4.5.3 and 4.5.4 from the retained sample obtained by 4.5.2 (3), the pellets of the required number having the size range as agreed upon between the parties concerned shall be selected at random from the gross sample, and the pellets thus obtained shall be the test sample for swelling index.

- Remarks
1. The size range of the test sample should be, as a rule, the pellets retained on a 5 mm square apertures sieve. A total of  $12 = ((3 \times 2) \times 2)$  pellets should be made available for a test.
  2. The individual pellets subject to testing should be those considered approximately spherical shape, and those having cracks and other defects should not be selected for the sample.
  3. The drying conditions for the sample subject to testing shall be according to the requirements given in JIS M 8715.

4.5.6 Test Sample for Crushing Strength after Reduction The test sample for crushing strength after reduction shall be prepared from the sample which has been completed the reduction testing carried out according to JIS M 8713. The number of pellets required for a test shall be as agreed upon between the parties concerned.

Remark: The number of pellets required for a test should be, as a rule, obtained from the formula given in Remark under 4.5.3. However,  $m = 10$  kg shall be applied.

4.5.7 Test Samples for Other Physical Characteristics The test samples for various physical characteristics other than given in this standard shall be prepared, so as to meet the requirements given in the respective separate Japanese Industrial Standards, from the remainder of the retained sample obtained by 4.5.2 (3) after having been prepared in sequence the various test samples for physical characteristics according to 4.5.3, 4.5.4 and 4.5.5.

## 5. Methods for Size Determination

5.1 Summary The sample is sieved with sieves having specified aperture sizes, retained fractions on each of the sieves and pan are weighed, mass percentages of each of the size fractions relative to the sum of masses of the size fractions are calculated, and the size fraction contents (%) of a consignment are obtained.

5.2 Sample The test sample for size determination obtained by 4.2 shall be used. However, if the variation of masses of individual increments exceeds 20% in terms of coefficient of variation, each individual increment as obtained shall be the test sample for size determination.

5.3 Sieving Basis The size determination, as a rule, should be carried out on an as-received basis (status quo at the time of delivery).

Remark: When the pellet is excessively wet, or for the purposes to prevent the dust pollution water is sprayed on the pellet, a method of oven-dry sieving may be applied.

#### 5.4 Test Sieves

5.4.1 Shape and Aperture Sizes of Sieves The shape and aperture sizes of test sieves shall be as given below.

- (1) The shape of apertures of test sieves shall be square and the aperture sizes and its permissible tolerances should be, as a rule, as given in JIS Z 8801. However, the permissible tolerances for square aperture sieves of perforated steel plate the relevant requirements given in Attached Table 3 of JIS Z 8801, as a rule, should be applied.

Remark: For the purposes to protect the damage of sieving media or to increase the sieving efficiency, scalping sieves having appropriate aperture sizes may be employed.

- (2) The aperture sizes of perforated steel plate sieves shall be 5 mm or over.
- (3) The aperture sizes of woven metal wire cloth sieves shall be 50 mm or under.

5.4.2 Material of Sieves The material of sieving media should be according to JIS Z 8801. However, for sieves of which frame exceed 200 mm the ordinary steel wire or ordinary steel plate may be used.

5.4.3 Maintenance and Checking of Sieves The aperture sizes of test sieves shall be checked at regular intervals, and the conformance to the specified permissible tolerance shall be ascertained.

5.5 Sieving Apparatus There are continuous type and batch type sieving apparatus and each of the types is constructed as one deck or several decks sieve. Any one or a combination of these may be used.

5.6 Drying Oven The drying oven shall be capable of maintaining automatically the drying temperature (at a temperature 110°C or under) and of accommodating sufficiently the test samples placed in containers.

5.7 Weighing Device The weighing device having an adequate capacity relative to the mass of test sample shall be employed. The sensitivity of the weighing device shall be 1/200 or better for the hopper scale and be 1/1000 or better for other types relative to the fullscale.



## 5.8 Sieving Procedure

### 5.8. Test Sieving by Hand

- (1) The quantity of a fresh charge to be placed on a sieve at one time is selected by aperture size of the sieve, sieving area and the maximum particle size of the test sample, as shown in Tabel 10 for a guidance.

Table 10. Aperture Size of Sieve and Maximum Mass of Fresh Charge (Example)

Aperture size of sieve		Maximum mass of fresh charge (approximately)	
Perforated plate	Woven metal wire cloth	0.2 m <sup>2</sup>	0.4 m <sup>2</sup>
		Rectangular frame	Rectangular frame
30 mm	30 mm	15 kg	30 kg
20 mm	20 mm	12 kg	24 kg
16 mm	16 mm	10 kg	20 kg
9 mm	9 mm	6 kg	12 kg
6 mm	5,660 μm	4 kg	8 kg
5 mm	4,700 μm	3 kg	6 kg

- (2) The test sieving by hand shall be carried out according to the procedure as given below.
- Place the fresh charge of a mass smaller than the mass shown in Table 10 on the sieve having largest aperture size of the sieves to be used for test sieving.
  - Sieve the test sample with the sieves in a descending order of aperture sizes.
  - At the completion of sieving of the test sample, weigh individually the separated size fractions of the sample.

5.8.2 Test Sieving by Machine The test sieving by means of a mechanical apparatus shall be as given below.

- Continuous Type Mechanical Sieving The adequate mass of fresh charge shall be selected according to the given area of sieving medium, passing rate of sample through the sieve and properties of the pellet.
- Discontinuous Type Mechanical Sieving Any batch type shaking machine mounted with either a single sieve or a nested sieves of several aperture sizes may be used. Mass of fresh charge and the procedure of test sieving shall conform to 5.8.1.

**Remark:** Operational conditions of a test sieving machine shall be established in advance so that the sieving results will not be biased from that of the hand sieving as the reference method.

5.8.3 Oven-Dry Sieving The procedure of the oven-dry sieving shall be as given below.

- (1) Place the test sample in a drying oven maintained at a temperature of 110°C or under, and after drying, sieve the test sample to separate into fractions.
- (2) Carry out the sieving according to the relevant requirements given in 5.8.1 or 5.8.2.

5.8.4 End-Point of Sieving The end-point of test sieving should be the time when almost no more particles passing the sieve are recognized.

5.9 Calculation and Test Report The calculated values of size fraction contents of each of the size ranges of the consignment shall be expressed to the first decimal place, by rounding off the second decimal place and under, calculated by one of the cases given below. However, when the size fraction content (%) obtained is 0.05% or under it shall be expressed by a symbol "tr" (abbreviation of the word trace).

- (1) When the size fraction contents (%) are measured on individual increments, calculation shall be made by either one of the two formulae given below [see Remarks 1, 2 and 3 under 2.2.7 (1)].

- (a) If the variation of masses of increments is  $CV < 20\%$ , calculate the size fraction content, for each size range, by the following formula to the second decimal place:

$$\text{Size fraction content (\%)} = \frac{\text{Sum of masses of a size fraction}}{\text{Sum of masses of increments}} \times 100$$

- (b) If the variation of masses of increment is  $CV \geq 20\%$ , calculate each of the size fraction contents (%) on each individual increment by the following formula, to the third decimal place, for each size range, and calculate the arithmetic mean of these results to the second decimal place:

$$\text{Size fraction content (\%)} = \frac{\text{Mass of size fraction of each increment}}{\text{Mass of each increment}} \times 100$$

Remark: If  $CV < 20\%$ , the immediate above formula may also be used.

- (2) When the size fraction content (%) are measured on individual sub-samples, calculate each of the size fraction content (%) by the following formula, to the third decimal place, for each of the size ranges, and calculate the weighted mean of the results, with respect to the number of increments constituting the sub-samples, to the second decimal place:

$$\text{Size fraction content (\%)} = \frac{\text{Mass of a size fraction of each sub-sample}}{\text{Mass of each sub-sample}} \times 100$$

- (3) When the size fraction contents (%) are measured on the gross sample, calculate each of the size fraction contents (%) by the following formula to the second decimal place:

$$\text{Size fraction content (\%)} = \frac{\text{Mass of a size fraction}}{\text{Mass of gross sample}} \times 100$$

6. Method for Moisture Determination

6.1 Summary The sample is dried at a specified temperature until a constant mass, loss of the mass by drying is measured, and the mass percentage relative to the mass of test sample for moisture determination is calculated to obtain the moisture content (%) of the consignment.

Remark: At the time of pellet handling of a consignment, when water is sprayed for the purposes of environmental control, the method of moisture determination shall be as agreed upon between the parties concerned.

6.2 Sample The test sample for moisture determination obtained according to 4.3 shall be used.

6.3 Apparatus The apparatus shall be as given below.

(1) Drying Oven The drying oven shall be capable of maintaining automatically the drying temperature at  $105 \pm 5^\circ\text{C}$  ( $105^\circ\text{C} \pm 5\text{K}$ ) and of accommodating sufficiently the drying pan with test sample.

(2) Weighing Device The weighing device having an adequate capacity relative to the mass of test sample shall be employed. The sensitivity of the weighing device shall be 1/1000 or better of the fullscale.

6.4 Procedure The procedure shall be as given below.

(1) Transfer the test sample for moisture determination obtained by 4.3 to the drying pan of which mass is tared ( $W_1$ ), spread the sample into a uniform thickness, and measure the gross mass ( $W_2$ ).

(2) Place the drying pan with test sample in the drying oven set in the range of  $105 \pm 5^\circ\text{C}$  ( $105^\circ\text{C} \pm 5\text{K}$ ), and dry the sample.

(3) Continue the drying until a constant mass.

Remarks 1. The drying time to reach a constant mass of the sample varies according to drying conditions, however, when the difference in masses between subsequent one-hour measurement becomes 0.2% or less of the mass of the sample, it should be regarded that the constant mass of the sample is attained.

2. For each type of the pellets, by conducting check experiments, the drying time to attain a constant mass is obtained, and the time thus obtained may be regarded to be the required time to attain a constant mass of the sample.

(4) After completion of the drying, measure immediately the gross mass ( $W_3$ ).

6.5 Calculation The moisture content shall be calculated by the following formula to the second decimal place:

$$\text{Moisture content (\%)} = \frac{W_2}{W_1} - \frac{W_3}{W_1} \times 100$$



6.6 Test Report The moisture content (%) of the consignment shall be obtained according to one of the cases given below, calculated to the first decimal place by rounding off the second decimal place and under.

- (1) When the moisture determination is conducted on each of the increments, the arithmetic mean of moisture content (%) of all of the increments calculated by 6.5.
- (2) When the moisture determination is conducted on each of the sub-samples, the weighted mean of the moisture content (%) of all of the sub-samples calculated by 6.5, considering the numbers of increments constituting each of the sub-samples as the "weights".
- (3) When the moisture determination is conducted on the gross sample, the arithmetic mean of the two measurements calculated by 6.5.

## 7. Test Report for Physical Characteristics

The physical characteristics of a consignment shall be measured according to the respective Japanese Industrial Standards, and the average qualities of the consignment shall be reported according to the procedure given below.

7.1 Tumbler Strength The test sample for tumbler strength prepared according to 4.5.1 shall be used, and the tumbler strength shall be measured according to JIS M 8712.

7.1.1 Measurement on Gross Sample When a pair (two) of measurements meets the requirements of permissible tolerance given in JIS M 8712, the arithmetic mean of these two measurements shall be obtained.

If the first paired measurements does not meet the tolerance requirements, another duplicate test shall be carried out, and when the second paired measurements met the tolerance requirements, then the arithmetic mean of the second two measurements shall be obtained. If both of the first and second paired measurements do not meet the tolerance requirements, the median of the four measurements shall be obtained. The tumbler strength of the consignment shall be either the arithmetic mean or median given to the first decimal place, by rounding off the second decimal place and under.

7.1.2 Measurement on Sub-Samples When each of the pairs (two each) of measurements meets the requirements of permissible tolerance given in JIS M 8712, the arithmetic mean of each of these two measurements shall be obtained to the second decimal place. If the paired measurements does not meet the tolerance requirements, one further test is made to obtain the third measurement and to compare this with the previous two measurements. When one of the two paired measurements meets the tolerance requirements, obtain the arithmetic mean of the accepted paired measurements; if not obtain the median of the three measurements. The arithmetic mean and median shall be calculated to the second decimal place. The tumbler strength of the consignment shall be the weighted mean of the set of arithmetic mean values or the set of median values, by considering the number of increments constituting each of the sub-samples as the "weights". The tumbler strength of the consignment shall be given to the first decimal place, by rounding off the second decimal place and under.

7.2 Crushing Strength The test sample for crushing strength prepared according to 4.5.3 shall be used, and the crushing strength shall be measured according to JIS M 8718. The arithmetic mean of all of the measurements expressed as a whole number by rounding off the first decimal place and under shall be the crushing strength of the consignment.

7.3 Reducibility The test samples for reduction prepared according to 4.5.4 shall be used, and the final degree of reduction shall be measured according to JIS M 8713. When a pair of measurements meets the requirements of permissible tolerance given in JIS M 8713, the arithmetic mean of the two measurements shall be obtained.

When the first paired measurements does not meet the tolerance requirements, another duplicate test shall be carried out, and when the second paired measurements meets the tolerance requirements, then the arithmetic mean of the second two measurements shall be obtained. If both of the first and second paired measurements do not meet the tolerance requirements, the median of the four measurements shall be obtained. The final degree of reduction of the consignment shall be either the arithmetic mean or median given to the first decimal place, by rounding off the second decimal place and under.

7.4 Swelling Index The test samples for swelling index selected according to 4.5.5 shall be used, and the swelling index shall be measured according to JIS M 8715. The swelling index of the consignment shall be the arithmetic mean of all of the measurements given to the first decimal place, by rounding off the second decimal place and under.

7.5 Crushing Strength after Reduction The test sample for crushing strength after reduction prepared according to 4.5.6 shall be used, and the crushing strength shall be measured after reduction by applying the relevant requirements given in JIS M 8718. The crushing strength after reduction of the consignment shall be the arithmetic mean of all of the measurements given as a whole number, by rounding off the first decimal place and under.

7.6 Other Physical Characteristics The average quality of each of the other physical characteristics not given in this standard shall be determined according to the respective Japanese Industrial Standards.

Appendix I Method of Hatch Sampling

1. Scope

The method given in this Appendix applies to the case when the method given in 3.1 or 3.2 of the body of this standard is difficult to be applied to the whole or part of a consignment.

2. Security of Safety

The sampling operation within vessel holds is dangerous to human life and, therefore, for the application of this method the safety of operators shall be assured.

3. Location of Taking Increments

When the pellet is handled from or into the vessel holds using pellet handling equipment, the increments shall be taken during the handling operation from the location immediately after discharging or immediately after loading by means of the handling equipment.

- Remarks
1. If it is dangerous to take increments from the location immediately after the handling operation, each of the increments may be taken from the pellet held in the handling equipment so as not to introduce bias in the sample with respect to particle size composition.
  2. When the pellet is loaded on barges, the sampling should be carried out by applying the relevant requirements of the hatch sampling.

4. Number of Increments

The minimum number of increments required to be taken from a consignment shall be decided according to the requirements given in 3.1.2 of the body of this standard.

5. Sampling Interval

The interval between taking increments of the specified number stated in 4. above shall be calculated by the formula given below, after allocating the split numbers of the specified number proportional to the masses of pellet stored in each of the vessel holds.

$$\text{Sampling interval (t)} < \frac{\text{Mass of consignment (t)}}{\text{No. of increments given in Table 3 in the body of this standard}}$$

6. Method of Taking Increments

The time to take the first increment of a sample is the point selected at random within the first sampling interval, and thereafter the increments shall be taken from this point at the sampling intervals calculated by 5. above.

7. Procedure of Taking Increments

Each increment shall be taken by selecting a point at random from the location specified in 3. above, and obtain the specified mass as given in 2.2.5 of the body of this standard.

## Applicable Standards:

- JIS M 8100 General Rules for Methods of Sampling of Bulk Materials
- JIS M 8105 Methods of Sampling, Size Determination and Moisture Determination of Iron Ores
- JIS M 8712 - Method for Measuring the Tumbler Strength of Iron Ore Pellets and Sinter
- JIS M 8713 Method for Measuring the Reducibility of Iron Ores
- JIS M 8715 Method for Measuring the Swelling Index of Iron Ore Pellets
- JIS M 8718 - Method for Measuring the Crushing Strength of Iron Ore Pellets
- JIS Z 8401 Rules for Rounding off of Numerical Values
- JIS Z 8801 - Sieves for Testing Purposes

## Reference Standards:

- JIS M 8202 - General Rules for Chemical Analysis of Iron Ores
- JIS M 8204 - Atomic Absorption Spectrochemical Analysis for Iron Ores
- JIS M 8209 - Methods for Determination of Sodium Oxide and Potassium Oxide in Iron Ores
- JIS M 8210 - Method for Determination of Cobalt in Iron Ores
- JIS M 8211 Methods for Determination of Combined Water in Iron Ores
- JIS M 8212 - Methods for Determination of Total Iron in Iron Ores
- JIS M 8213 - Method for Determination of Ferrous Oxide in Iron Ores
- JIS M 8214 - Methods for Determination of Silicon Dioxide in Iron Ores
- JIS M 8215 - Methods for Determination of Manganese in Iron Ores
- JIS M 8216 - Methods for Determination of Phosphorus in Iron Ores
- JIS M 8217 - Methods for Determination of Sulfur in Iron Ores
- JIS M 8218 Methods for Determination of Copper in Iron Ores
- JIS M 8219 Methods for Determination of Titanium Dioxide in Iron Ores
- JIS M 8220 - Methods for Determination of Aluminium Oxide in Iron Ores
- JIS M 8221 - Methods for Determination of Calcium Oxide in Iron Ores
- JIS M 8222 Method for Determination of Magnesium Oxide in Iron Ores
- JIS M 8223 - Methods for Determination of Nickel in Iron Ores
- JIS M 8224 - Methods for Determination of Chromium in Iron Ores
- JIS M 8225 - Methods for Determination of Vanadium in Iron Ores
- JIS M 8226 - Methods for Determination of Arsenic in Iron Ores
- JIS M 8227 - Methods for Determination of Tin in Iron Ores
- JIS M 8228 - Methods for Determination of Zinc in Iron Ores
- JIS M 8229 - Method for Determination of Lead in Iron Ores
- JIS M 8230 - Method for Determination of Bismuth in Iron Ores
- JIS M 8711 Method for Determining the Shatter Strength of Iron Ore Sinter
- JIS M 8716 - Methods for Measuring the Apparent Specific Gravity, and the Porosity of Iron Ore Pellets
- JIS M 8717 - Methods for Measuring the Specific Gravity of Iron Ores



Техническая Организация для Стандартизации и Сертификации Международной Ассоциации Работников Международной Организации Стандартизации

## Coke (greater than 20 mm in size – Determination of mechanical strength)

*Coke (dimension supérieure à 20 mm – Détermination de la cohésion)*

First edition - 1980-11-01

## Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards institutes (ISO member bodies). The work of developing International Standards is carried out through ISO technical committees. Every member body interested in a subject for which a technical committee has been set up has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work.

Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for approval before their acceptance as International Standards by the ISO Council.

International Standard ISO 556 was developed by Technical Committee ISO/TC 27, *Solid mineral fuels*, and was circulated to the member bodies in August 1979.

It has been approved by the member bodies of the following countries :

Australia	France	South Africa, Rep. of
Austria	Germany, F. R.	Spain
Belgium	Hungary	Turkey
Canada	India	United Kingdom
Chile	Japan	USA
China	Netherlands	USSR
Egypt, Arab Rep. of	Poland	

No member body expressed disapproval of the document.

This International Standard cancels and replaces ISO Recommendation R 556-1967 and International Standard ISO 1881-1973, of which it constitutes a technical revision.

Documento Autorizado  
 ISO/IEC/POCOSA/1992  
 INDECOPI  
 Prohibida su reproducción / venta, total / parcial

# Coke (greater than 20 mm in size) Determination of mechanical strength

## 1 Scope and field of application

This International Standard specifies a method for the determination of the mechanical strength of coke having a particle size greater than 20 mm.

## 2 References

ISO 728, *Coke size analysis (nominal top size greater than 20 mm)*.

ISO 565, *Test sieves — Woven metal wire cloth and perforated plate — Nominal sizes of apertures*.

## 3 Principle

A sample of coke greater than 20 mm in size and of known size distribution is subjected to mechanical stresses in a rotating drum. The degree of breakdown of the coke is evaluated by a process of sieving and size analysis after 100 drum revolutions (Micum test) and, if desired, after 500 drum revolutions (Irsid test).

## 4 Apparatus

**4.1 Cylindrical steel drum**, having the following dimensions (see the figure)

Length 1 000 ± 5 mm

Diameter 1 000 ± 5 mm

Minimum thickness 5 mm

The drum shall be replaced if the thickness falls below 5,0 mm due to wear. Inside the drum, parallel to its axis and dividing the wall into four equal areas, shall be fixed four angle sections (or lifting flights). Each lifting flight, equal in length to the length of the drum and constructed of 100 mm × 50 mm × 10 mm thick mild steel angle, shall be fixed rigidly to the full length of the internal curved surface of the drum, parallel to the axis of the drum in such a way that the flange of width 100 mm points towards the axis of the drum and the narrower flange, in contact with the curved surface of the drum, points in the direction opposite to that of rotation of the drum. The angle sections (or lifting flights) shall be replaced when they wear to 95 mm.

The drum shall be carried on two stub-axes, at least 250 mm in length, rotating in horizontal journal bearings which are sup-

ported in a framework mounted at either side of the drum. The clearance below the drum shall be not less than 230 mm and not more than 300 mm to enable the drum to be conveniently emptied. The drum shall be capable of being rotated by hand in either direction to facilitate emptying. Suitable mechanical means shall be available to set the drum in motion at a constant rotational frequency of  $25 \pm 1 \text{ min}^{-1}$  and the drum shall be fitted with a revolution counter and relay system which can be pre-set to stop the drum after any desired number of revolutions.

The drum shall have an opening on the cylindrical surface through which the coke may be charged and discharged. The opening shall be at least 600 mm long and 500 mm wide to facilitate cleaning and emptying. The opening shall be fitted with a cover, the inner portion of which shall be of 10 mm mild steel plate of the same curvature as the drum, and which shall be of the same size as the opening so that when the cover is secured the inside face is substantially level with the internal surface of the drum. A rubber gasket may with advantage be fitted around the cover to minimize loss of dust.

**4.2 Tray**, approximately 1 500 mm × 1 100 mm and 200 mm deep, constructed from a suitable abrasion- and wear-resistant material (1,22 mm galvanized sheet has been found suitable), for receiving the coke on discharge. One end wall of the tray shall be inclined outwards at 45° to facilitate emptying.

**4.3 Weighing machine**, preferably of the platform type, of maximum capacity 100 kg and such that the weighing error does not exceed 0,1 kg.

**4.4 Round-hole test sieves**, comprising a series of perforated plates with circular apertures that will enable a complete size analysis of the coke under examination to be determined.

Test sieves with apertures of diameter 10, 20 and 40 mm shall be included. Others in the series may be (for example) 31,5, 63, 80 and 100 mm. When wear causes the diameter of any of the apertures to exceed its nominal diameter by more than 2 %, the aperture shall be blanked off or the test sieve shall be replaced. Not more than 25 % of the available apertures of any of the test sieves shall be blanked off.

**4.5 Series of light containers**, the largest of which is capable of holding 50 kg of coke (i.e. capacity of at least 0,12 m<sup>3</sup>).



## 5 Sampling

A gross sample shall be taken consisting of at least 200 kg of coke. The lower size limit shall be not less than 20 mm, but where the lower nominal size of the coke sample is greater than 20 mm, this lower nominal size may be used for the preparation of a Micum test portion (see 7.2). This sample shall be subjected to a size analysis according to ISO 728. It is recommended that the coke should be separated into the following fractions :

- a) 20 mm to 31,5 mm
- b) 31,5 mm to 40 mm
- c) 40 mm to 63 mm
- d) 63 mm to 80 mm
- e) 80 mm to 100 mm
- f) greater than 100 mm

If necessary continue to size the coke on sieves of larger aperture, e.g. 120 mm, 150 mm, until less than 5 % of the total mass of coke remains on the sieve of largest aperture.

Each test portion shall consist of  $50 \pm 0,5$  kg of coke greater than 20 mm and shall contain the same proportion of coke within the individual size fractions as determined from the size analysis of the gross sample.

A nomogram may be used for this calculation. The moisture content of the sample shall not exceed 3 %. If the moisture content of the sample exceeds 3 %, the coke shall be oven-dried.

Duplicate determinations shall be made, each on a separate 50 kg test portion constituted from the gross sample, (but see 8.1.2).

## 6 Procedure

### 6.1 Micum test (100 revolutions)

#### 6.1.1 Test procedure

For each of the determinations to be made, prepare a test portion consisting of  $50 \pm 0,5$  kg of coke taken as described in clause 5 and charge it into the clean and empty drum, taking care to avoid breakage of the coke during charging. Secure the cover on the drum. Rotate the drum at a constant rotational frequency of  $25 \pm 1 \text{ min}^{-1}$  for 100 rev. Allow the dust to settle for 1 min, remove the door and empty the contents of the drum into the tray. Using the appropriate test sieves so that a full size analysis is obtained, sieve all the contents of the tray using hand-placing or mechanical sieving. If the test portion is to be sieved by mechanical sieving, ascertain first that this procedure gives results that are not biased with respect to those obtained by the normal method of hand-placing. In all cases, use the sieves of aperture diameter 10, 20 and 40 mm: Cumulatively weigh the size fractions of 10 mm and above, noting the mass of each individual size fraction. Weigh separately the fraction of size less than 10 mm, and add this fraction also to the cumulatively weighed fractions.

#### 6.1.2 Validity of results

For the results to be valid, the total mass of the size fractions (see 6.1.1) shall not differ from the original mass of the test portion by more than 0,35 kg. If, through loss of material or errors, the total mass lies outside these limits, the result of the determination shall be rejected.

### 6.2 Irsid test (500 revolutions)

#### 6.2.1 Test procedure

Carefully return all the size fractions of coke to the drum, replace the door and rotate the drum at a rotational frequency of  $25 \pm 1 \text{ min}^{-1}$  for a further 400 rev. Repeat the sieving process and the weighing of the size fractions as described in 6.1, using the appropriate sieves and in all cases the sieves of 10 20 and 40 mm aperture diameter.

### 6.3 Special test using a half-Micum drum and 25 kg of coke

#### 6.3.1 Introduction

There is considerable experimental evidence available to show that the mechanical strength of coke can be determined with a precision equal to that obtained in the larger drum (using 50 kg of coke, as described in 6.1 and 6.2) by using a drum 500 mm in length and 1 000 mm in diameter and a test portion of 25 kg. There is no bias between the results obtained under the two different test conditions. The necessary modifications to the procedure are described in 6.3.2, 6.3.3 and 6.3.4.

#### 6.3.2 Apparatus

The apparatus shall be as described in clause 4, except for the following differences :

- a) Cylindrical steel drum. The length of the drum shall be  $500 \pm 5$  mm.
- b) Weighing machine. The weighing machine shall have a maximum capacity of 50 kg and the weighing error shall not exceed 0,05 kg.

#### 6.3.3 Sampling

Proceed as described in clause 5, but prepare test portions of mass  $25 \pm 0,25$  kg.

#### 6.3.4 Test procedure

Proceed as described in 6.1 and 6.2, but with the following modifications :

- a) Test portion. Use a test portion of  $25 \pm 0,25$  kg.
- b) Validity. For the result to be valid, the total mass of the size fractions after the first 100 rev (see 6.1.2) shall not differ from the original mass of the test portion by more than 0,15 kg. If the total mass lies outside these limits, the results of the determination shall be rejected.

## INDECOPI

Prohibida su reproducción / venta, total / parcial

## 7 Expression of results

### 7.1 Calculation

Express each cumulative mass (determined as described in 6.1.1) as a percentage of the initial test portion mass (i.e. of  $50 \pm 0,5$  kg, or of  $25 \pm 0,25$  kg if the modified procedure described in 6.3 has been followed).

Add the loss of mass to the weighed mass of the fraction of size less than 10 mm, provided that the following conditions apply

- If the procedure described in 6.1 has been followed : The difference between the total of the masses of the individual fractions and the mass of the original test portion does not indicate a loss of more than 0,35 kg.
- If the modified procedure described in 6.3 has been followed : The difference between the total of the masses of the individual fractions and the mass of the original test portion does not indicate a loss of more than 0,15 kg.

Round off each percentage to the first decimal place.

### 7.2 Micum indices

If Micum tests are carried out on coke of lower size limit greater than the lowest of 20 mm, report the lower size limit of the test portion.

Express the results of Micum indices as follows :

- Index  $M_{40}$ .** The percentage of the test portion remaining on or over the 40 mm aperture test sieve after 100 drum revolutions.
- Index  $M_{20}$ .** The percentage of the test portion remaining on or over the 20 mm aperture test sieve after 100 drum revolutions.
- Index  $M_{10}$ .** The percentage of the test portion passing the 10 mm aperture test sieve after 100 revolutions. This is obtained from the mass of the fraction of size less than 10 mm to which is added the loss of mass, provided that this is not greater than allowed in 6.1.2 or 6.3.4 b) (see 7.1). This value is therefore the complement to 100 of the percentage of the test portion remaining on or over the 10 mm aperture test sieve.
- Other Micum indices.** Proceed similarly for other Micum indices, e.g.  $M_{30}$  (corresponding to the 31,5 mm aperture test sieve),  $M_{60}$  (corresponding to the 63 mm aperture test sieve),  $M_{80}$ ,  $M_{100}$ .

Round off the reported values of the Micum indices to the first decimal place. For each index, express as the result the arithmetic mean of the individual values obtained from the two, three or four determinations (see 8.1.2). An example of the mode of calculation and reporting the results is given in the annex.

### 7.3 Irsid indices

Express the results as Irsid indices ( $I_{40}$ ,  $I_{30}$ ,  $I_{20}$ ,  $I_{10}$ , etc.) in a manner similar to that described in 7.2, but using the percentages determined after 500 drum revolutions. Round off the reported values of the Irsid indices to the first decimal place.

For each index, express as the result the arithmetic mean of the individual values obtained from the two, three or four determinations (see 8.1.2). A similar type of report to that given in the annex shall be used.

## 8 Precision of the method

### 8.1 In the same laboratory

#### 8.1.1 Repeatability

The range of the results relating to 95 % probability carried out within the same laboratory are given in the following table for two, three and four tests (see 8.1.2).

Number of determinations	95 % tolerance limits for				
	$M_{40}$	$M_{10}$	$I_{40}$	$I_{20}$	$I_{10}$
2	3,0	1,0	5,0	2,5	2,0
3	3,6	1,2	6,0	3,0	2,4
4	4,0	1,3	6,6	3,3	2,6

The tolerance limits apply to determinations carried out in either the Micum or the half-Micum drum.

#### 8.1.2 Number of determinations

Two, three or four determinations shall be made, each on a separate 50 kg test portion constituted from the gross sample (see clause 5).

Duplicate determinations shall be carried out, and both results shall be accepted, unless the difference between the results exceeds the tolerance limit appropriate to two determinations (see 8.1.1), in which case a further determination shall be carried out.

If the spread of the three results does not exceed the tolerance limit for three determinations (see 8.1.1), all three may be accepted, otherwise a fourth determination shall be carried out.

If the spread of the four results is not greater than the tolerance limit for four determinations (see 8.1.1), all may be accepted.

If the spread exceeds this value and three of the four results lie within the limits for three determinations, these three may be accepted and the fourth rejected.

If neither of these conditions apply, the four results shall be accepted, but a special investigation should be made into all aspects of the sampling, apparatus and testing.

The figure finally reported shall be the mean of all the accepted results.

The tolerance limits apply to determinations carried out in either the Micum or half-Micum drum.

### 8.2 In different laboratories

No tolerance is quoted for determinations carried out in different laboratories because the transport of a coke sample involves the risk of breakage and thus alteration of the size distribution and the Micum indices.

Dimensions in millimetres

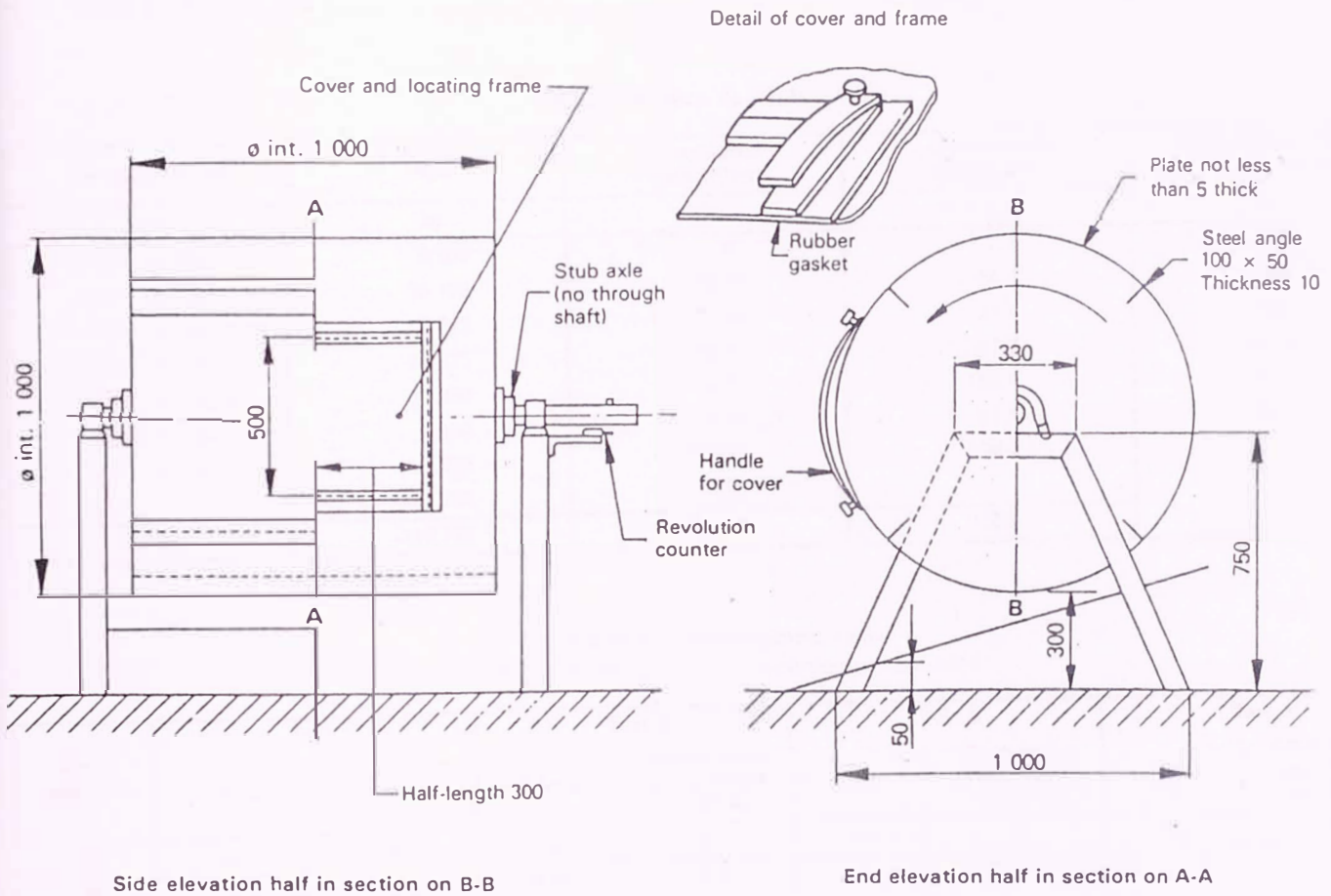


Figure — Micum drum

## Annex

### Example of half-Micum test report

Sample description : .....

Date of sampling : .....

Date of testing : ..... Method of sampling : .....

Initial moisture content 4,7 % : .....

Table 1 — Size determination

Sieve aperture	Mass	Fractional percentage	Cumulative percentage	Cumulative mass for test portion
mm	kg	%	%	kg
- 120 + 100	5,800	2,67	2,7	0,7
- 100 + 80	26,125	12,05	14,7	3,8
- 80 + 63	58,875	27,16	41,9	10,7
- 63 + 40	99,525	45,92	87,8	22,5
- 40 + 31,5	12,950	5,97	93,8	24,1
- 31,5 + 20	8,100	3,74	97,5	25,0
- 20 + 10	3,625	1,69	99,2	—
- 10	1,725	0,80		
<b>Total</b>	216,725	100,00	100,0	

Table 2 — Half-Micum test  
25 kg + 20 mm coke 100 revolutions oven-dried

Sieve aperture	Test 1		Test 2		Test 3		Test 4	
	Mass	Cumulative percentage on 25 kg	Mass	Cumulative percentage on 25 kg	Mass	Cumulative percentage on 25 kg	Mass	Cumulative percentage on 25 kg
mm	kg	%	kg	%	kg	%	kg	%
+ 80	2,050	8,2	2,650	10,6				
+ 63	7,225	28,9	7,825	31,3				
+ 40	16,600	66,4	16,700	66,8				
+ 31,5	20,675	78,7	20,725	77,9				
+ 20	22,300	89,2	22,350	89,4				
+ 10	22,875	91,5	22,925	91,7				
<b>Total</b>	24,900	100,0	24,925	100,0				
<b>Loss</b>	0,100	—	0,075	—				
- 10	—	8,5	—	8,3				

$M_{40} = 66,6 \quad M_{10} = 8,4$

Signed : .....

INTERNATIONAL  
STANDARD

ISO  
579

Third edition  
1995-12-15

---

---

**Coke – Determination of total moisture**

*Coke – Détermination de l'humidité totale*



Reference number  
ISO 579:1999(E)

© ISO 1999

PDF disclaimer

This PDF file may contain embedded typefaces. In accordance with Adobe's licensing policy, this file may be printed or viewed but shall not be edited unless the typefaces which are embedded are licensed to and installed on the computer performing the editing. In downloading this file, parties accept therein the responsibility of not infringing Adobe's licensing policy. The ISO Central Secretariat accepts no liability in this area.

Adobe is a trademark of Adobe Systems Incorporated.

Details of the software products used to create this PDF file can be found in the General Info relative to the file; the PDF-creation parameters were optimized for printing. Every care has been taken to ensure that the file is suitable for use by ISO member bodies. In the unlikely event that a problem relating to it is found, please inform the Central Secretariat at the address given below.

© ISO 1999

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either ISO at the address below or ISO's member body in the country of the requester.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 734 10 79  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Printed in Switzerland



## Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

International Standards are drafted in accordance with the rules given in the ISO/IEC Directives, Part 3.

Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for voting. Publication as an International Standard requires approval by at least 75 % of the member bodies casting a vote.

Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. ISO shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard ISO 579 was prepared by Technical Committee ISO/TC 27, *Solid mineral fuels*, Subcommittee SC 5, *Methods of analysis*.

This third edition cancels and replaces the second edition (ISO 579:1981), which has been technically revised.

Documento Autorizado  
ISO/IEC/POCOSA/1992  
INDECOPI

Prohibida su reproducción / venta, total / parcial

# Coke — Determination of total moisture

## 1 Scope

This International Standard specifies a method for determining the total moisture of coke. It can be used for the determination of moisture of blast-furnace coke, foundry coke and other high-temperature carbonization products.

## 2 Normative references

The following normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. For dated references, subsequent amendments to, or revisions of, any of these publications do not apply. However, parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the normative documents indicated below. For undated references, the latest edition of the normative document referred to applies. Members of ISO and IEC maintain registers of currently valid International Standards.

ISO 9411-2, *Solid mineral fuels — Mechanical sampling from moving streams — Part 2: Coke.*

ISO 13909-6:—<sup>1)</sup>, *Hard coal and coke — Mechanical sampling — Part 6: Coke — Preparation of test samples.*

## 3 Principle

A sample is heated in air at 120 °C to 200 °C and maintained at this temperature until constant in mass. The moisture percentage is calculated from the loss in mass of the sample. Coke is not liable to oxidation under the specified conditions.

## 4 Apparatus

4.1 **Drying oven**, capable of maintaining a substantially uniform temperature zone at 120 °C to 200 °C and in which the rate of atmospheric change is sufficiently rapid for the test.

4.2 **Tray**, approximately 0,1 m<sup>2</sup> in area and 25 mm deep, made of non-corrodible material such as stainless steel, tinned steel or aluminium.

4.3 **Balance**, capable of weighing to the nearest 1 g.

## 5 Sample

The sample for the determination of total moisture, taken in accordance with ISO 13909-6 and ISO 9411-2 shall be kept in a sealed, airtight container. The whole of the sample is crushed to a nominal top size of 16 mm using a jaw crusher. From the crushed material, the laboratory sample is obtained by dividing.

1) To be published.



It is essential that precautions be taken to prevent loss of moisture during these operations, by undue ventilation or loss of sample as dust.

Samples which are visibly wet, and those for which the moisture is expected to exceed 15 %, are partially dried before reduction and division. This air-drying procedure is described in ISO 13909-6. The air drying of visibly wet samples shall be carried out in the laboratory in which the determination of residual moisture is carried out.

## 6 Procedure

Weigh the clean, dry, empty tray (4.2) to the nearest 1 g. Add about 1 kg of the laboratory sample, spread the coke evenly and reweigh to the nearest 1 g. Place the charged tray in the oven (4.1) at a temperature of 120 °C to 200 °C. After the drying period is complete, remove the tray with the dried sample from the oven. Reweigh the tray immediately to avoid absorption of moisture during cooling.

If there is any doubt that drying is not complete, reheat at 120 °C to 200 °C for further periods of heating until any change in mass does not exceed 0,1 %.

For a particular oven, the times required to ensure constancy in mass shall be verified by experiments.

NOTE If appropriate, the drying can be done at a lower temperature, e.g. 105 °C to 110 °C as for hard coal.

## 7 Expression of results

### 7.1 Sample as analysed (see clause 6)

The total moisture,  $M_T$ , of the coke as analysed, expressed as a percentage by mass, is given by the equation:

$$M_T = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_2)}{(m_1 - m_2)} \times 100$$

where

$m_1$  is the mass, in grams, of the tray plus laboratory sample;

$m_2$  is the mass, in grams, of the dry, empty tray;

$m_3$  is the mass, in grams, of the tray plus sample after heating.

Report the result, as the mean of duplicate determinations, to the nearest 0,1 %.

### 7.2 Visibly wet sample (see clause 5)

For visibly wet samples, the total moisture  $M_T$ , expressed as a percentage by mass, is given by the equation:

$$M_T = X + M \left( 1 - \frac{X}{100} \right)$$

where

$X$  is the air-drying loss, as a percentage by mass, of the original sample;

$M$  is the residual moisture, as a percentage by mass, determined on the air-dried laboratory sample.

## 8 Precision

### 8.1 Repeatability limit

The results of duplicate determinations (carried out over a short period of time, but not simultaneously) in the same laboratory, by the same operator, with the same apparatus on two representative portions taken from the same analysis sample, shall not differ by more than the value shown in Table 1.

### 8.2 Reproducibility critical difference

The means of the results of duplicate determinations performed in each of two laboratories, on representative portions, taken from the same sample after dividing and crushing, shall not differ by more than the value shown in Table 1.

Tableau 1 — Precision of total moisture

Maximum acceptable differences between results	
Repeatability limit	Reproducibility critical difference
0,5 % absolute	0,7 % absolute

## 9 Test report

The test report shall include the following information:

- a) a reference to this International Standard;
- b) the identification of the sample;
- c) the results of the determination;
- d) any unusual features noted during the determination;
- e) any operation not included in this International Standard, or regarded as optional;
- f) the date of the determination.

ISO 579:1999(E)

Documento Autorizado  
ISO/IEC/POCOSA/1992  
INDECOPI  
Prohibida su reproducción / venta, total / parcial

ICS 75.160.10

Price based on 3 pages

© ISO 1999 – All rights reserved

INTERNATIONAL  
STANDARD

ISO  
728

Third edition  
1995-11-01

**Coke (nominal top size greater than  
20 mm) - Size analysis by sieving**

*Coke (dimension supérieure nominale supérieure à 20 mm) - Analyse  
granulométrique par tamisage*



Reference number  
ISO 728:1995 (E)

Documento Autorizado  
ISO/IEC/POCOSA/1992  
INDECOPI

## Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for voting. Publication as an International Standard requires approval by at least 75 % of the member bodies casting a vote.

International Standard ISO 728 was prepared by Technical Committee ISO/TC 27, *Solid mineral fuels*, Subcommittee SC 3, *Coke*.

This third edition cancels and replaces the second edition (ISO 728:1981), which has been technically revised.

Annex A of this International Standard is for information only.

© ISO 1995

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

International Organization for Standardization  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Switzerland

Printed in Switzerland

Documento Autorizado  
ISO/IEC/POCOSA/1992  
INDECOPI

# Coke (nominal top size greater than 20 mm) — Size analysis by sieving

## 1 Scope

This International Standard specifies a method for the size analysis of coke, of nominal top size greater than 20 mm, by manual sieving.

## 2 Normative references

The following standards contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

ISO 579:1981, *Coke — Determination of total moisture content*.

ISO 1213-2:1992, *Solid mineral fuels — Vocabulary — Part 2: Terms relating to sampling, testing and analysis*.

ISO 2309:1980, *Coke — Sampling*.

ISO 3310-2:1990, *Test sieves — Technical requirements and testing — Part 2: Test sieves of perforated metal plate*.

## 3 Definitions

For the purposes of this International Standard, the definitions given in ISO 1213-2 apply.

## 4 Apparatus

**4.1 Test sieves**, complying with ISO 3310-2. The set of sieves used shall have exclusively round holes or exclusively square holes.

**NOTE 1** The test sieves should be selected according to the requirements of the test and the characteristics of the sample. If possible, the series of sieves should be selected so that the mass of coke in any size fraction does not exceed 25 % of the total mass of sample being sieved. For ungraded coke, a series of test sieves of nominal hole size 125 mm; 100 mm; 80 mm; 71 mm; 63 mm; 50 mm; 40 mm; 31,5 mm; 20 mm and 10 mm may be suitable. For samples containing pieces with a particle size greater than 125 mm, single-hole gauges may be used instead of test sieves. For graded coke, a series of test sieves of nominal hole sizes 50 mm; 45 mm; 40 mm; 35,5 mm; 31,5 mm; 25 mm; 20 mm; 16 mm; 10 mm; 5,6 mm and 2,8 mm may be suitable.

It is important to check the sieves from time to time, using the methods described in ISO 3310-2, to ensure that the hole dimensions are within the specified tolerances. Worn or damaged sieves can give rise to serious errors in size analysis and should be discarded.

**4.2 Weighing machine**, capable of measuring the mass of the sample to be sieved to the nearest 0,1 %.

## 5 Sampling and preparation of test sample

Take two gross samples for physical testing in accordance with ISO 2309<sup>1)</sup>. Prepare one of these samples for the determination of moisture content in

1) In due course, ISO 2309 will be replaced by ISO 13909-6, *Hard coal and coke — Sampling — Part 6: Coke — Preparation of test samples*.

In accordance with ISO 2309 and carry out the determination in accordance with ISO 579.

If the moisture content is higher than 5 % ( $m/m$ ), dry the other sample sufficiently to reduce the moisture content to lower than 5 % ( $m/m$ ). Use this second sample for the remainder of the test.

## 6 Procedure

**6.1** Arrange the set of sieves (4.1) in a stack in order of nominal hole sizes, with the smallest size at the bottom.

Weigh the test sample, in several portions if necessary, using the weighing machine (4.2).

**6.2** Place on the top sieve a portion of the test sample small enough that not more than 75 % of the sieve area is covered, and shake to allow most of the undersize to pass. Manually place the remaining coke on the sieve and transfer the oversize to a suitable container. Remove the top sieve and repeat these operations for sieves of nominal hole sizes down to and including 40 mm.

**6.3** Continue the process described in 6.2 for sieves of nominal hole sizes less than 40 mm, but using manual shaking. Carry out manual shaking by holding the sieve in the hands, or suspending it freely, and moving it horizontally to and fro with a displacement of about 75 mm. Complete fifty such oscillations each consisting of one movement to and fro in a period of about 30 s. If the amount of coke remaining on the sieve is then such that it covers more than 75 % of the sieve area, divide it into two or more portions and manually shake each portion separately. Otherwise, transfer the oversize to a suitable container.

**NOTE 2** Mechanical sieving may be carried out if it can be demonstrated that the method is free from bias when compared to the manual sieving method described in this International Standard.

**6.4** If necessary, re-stack the sieves and repeat the steps described in 6.2 and 6.3 for successive portions until the entire test sample has been sized and each size fraction has been collected in a separate container.

**6.5** Either weigh each container separately with its size fraction and subtract the respective tare mass, or, after weighing the first fraction, successively add the other fractions and note the cumulative mass after each addition.

**NOTE 3** Cumulative weighing is preferable because it reduces the weighing error for the cumulative fractions. Depending on how the results are to be expressed (see clause 7), cumulative weighing should be in descending order of size fractions (cumulative oversize) or in ascending order of size fractions (cumulative undersize).

## 7 Expression of results

If necessary, calculate the cumulative mass on each sieve starting with the sieve with the largest size of holes, or the cumulative mass passing through each sieve starting with the sieve with the smallest size of holes, from the masses of the individual size fractions.

Calculate the apparent loss, i.e. the difference between the total mass of the test sample before sieving and the total mass of coke collected afterwards. If the loss is greater than 0,4 % of the original mass of the test sample, reject the results and carry out a further test. Otherwise, add the apparent loss to the mass of the smallest size fraction.

Convert each cumulative mass to a percentage of the total mass of the test sample. Report the cumulative masses to the nearest 0,1 kg and the cumulative percentages to the nearest 0,1 %.

### NOTES

4 An example of the calculation of the results of a size analysis of coke, in terms of the cumulative oversize, is given in table 1.

5 If the mean size is required, it may be determined in accordance with annex A.

Table 1 — Example of size analysis of coke

Nominal size of hole (round hole) mm	Mass of fraction kg	Cumulative mass kg	Cumulative percentage oversize %
140	4,9	4,9	1,1
125	9,4	14,3	3,2
100	41,3	55,6	12,4
80	113,4	169,0	37,7
71	78,5	247,5	55,2
63	67,7	315,2	70,3
50	51,5	366,7	81,8
40	37,2	403,9	90,1
31,5	17,9	421,8	94,1
20	9,9	431,7	96,3
10	8,1	439,8	98,1
passing 10	7,4 + 1,1 = 8,5	448,3	100,0
Sum	447,2		
Original mass	<u>448,3</u>		
Loss in mass	<u>1,1</u>		
0,4 % of original mass	1,8		

The loss in mass, being less than 0,4 % of the original mass, is added to the fraction of smallest size (< 10 mm).

## 8 Test report

The test report shall include the following:

- a) the method used by reference to this International Standard;
- b) a complete identification of the sample;
- c) whether the sieves used had round or square holes;
- d) the date of the test;
- e) the results expressed in accordance with clause 7;
- f) any unusual features noted during the determination;
- g) any operation not included in this International Standard, or regarded as optional.



## Annex A

### (informative)

#### Determination of mean size

The mean size of the coke may be calculated from the following formula:

$$\frac{B(a - c) + C(b - d) + \dots + J(h - k) + 100j}{200}$$

where

*a, b, c, d ... h, j, k* are the hole sizes, in millimetres, of successive sieves;

*A, B, C, D ... H, J, K* are the cumulative percentage oversizes for each of the sieves.

**NOTE 6** The sieve with hole size *a* is the smallest size through which all the coke passes (i.e. *A* = 0 %). The sieve with hole size *k* is a hypothetical sieve through which no coke will pass (i.e. *k* = 0 mm, *K* = 100 %).

Alternative methods of calculation or graphical methods of determination may lead to slightly different results and the same method should, therefore, be used for comparative tests.

The precision of a determination of mean size can be expressed in terms of the repeatability limit, as follows.

The results of duplicate determinations of mean size, carried out at different times in the same laboratory, by the same operator with the same apparatus, on representative test samples taken from the same lot of coke, should not differ by more than 2,5 mm.

No value for reproducibility can be quoted for determinations carried out in different laboratories, since the transport of coke samples involves the risk of breakage and thus alteration of the size distribution.