



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-041-1971

MUESTREO PARA AZUFRE

SULPHUR SAMPLING

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

MUESTREO PARA AZUFRE

SULPHUR SAMPLING

1 GENERALIDADES Y DEFINICIONES

1.1 Generalidades

1.1.1 Objeto

El objeto de esta Norma es unificar los criterios a seguir en los procedimientos del muestreo de azufre; definir los términos propios del muestreo y algunos otros términos de carácter complementario.

1.1.2 Alcance

Esta Norma establece el procedimiento de muestreo del azufre en sus estados sólido y líquido, en reposo y en movimiento, independientemente de su tipo y grado de calidad.

1.2 Definiciones

1.2.1 Partida

Es la cantidad total de azufre motivo de una transacción comercial.

1.2.2 Unidad de producto

Cuando el producto está envasado, la unidad de producto es un envase.

Cuando el producto no está envasado, la unidad de producto es la tonelada métrica (t).

1.2.3 Muestra

Es la porción de material que se usa como información de la calidad del producto.

1.2.4 Muestra unitaria

Es cada una de las porciones de producto que se extraen para formar la muestra representativa.

1.2.5 Muestra representativa

Es el conjunto de muestras unitarias que se mezclan de tal manera que formen una porción homogénea.

1.2.6 Muestra representativa reducida

Es cada una de las tres porciones de aproximadamente 300 g cada una, que se obtienen por partimientos sucesivos de cuarteo de la muestra representativa.

1.2.7 Procedimiento de muestreo

Es la técnica de operación por medio de la cual se obtiene la muestra representativa.

2 APARATOS Y EQUIPO

Los aparatos y equipos que se emplean para el muestreo deben estar hechos de un material que no se corroa, tener el tamaño especificado, ser suficientemente resistentes, estar limpios, secos y en buen estado.

Sonda para extraer azufre molido, ya sea que esté envasado en sacos, en cuñetes, en bolsas, etc., o a granel. La sonda deberá tener la forma y dimensiones indicadas en las figuras 1 y 2 (ver 4.1.1.).

Recipientes para extraer azufre líquido, con la forma y dimensiones indicadas en la figura 3 (ver 4.1.6).

Pala o copa para muestrear en banda transportadora, figura 4, (ver 4.1.2).

Cuartheador de muestras tipo revólver, con recipientes (ver 4.1.3).

Recipientes para guardar muestras, con cierre a prueba de humedad, de 500 ml de capacidad como mínimo (ver 4.1.4).

Tamiz con malla de 4760 micras de abertura (4.7 mm) (ver 4.1.9).

Cuchara de fondo plano.

Molino o pulverizador de muestras.

Cajones de madera de 20 dm³ de capacidad, aproximadamente. (ver 4.1.7)

Recipientes de vidrio refractario de 500 ml de capacidad.



FIGURA 1 FIGURA 2

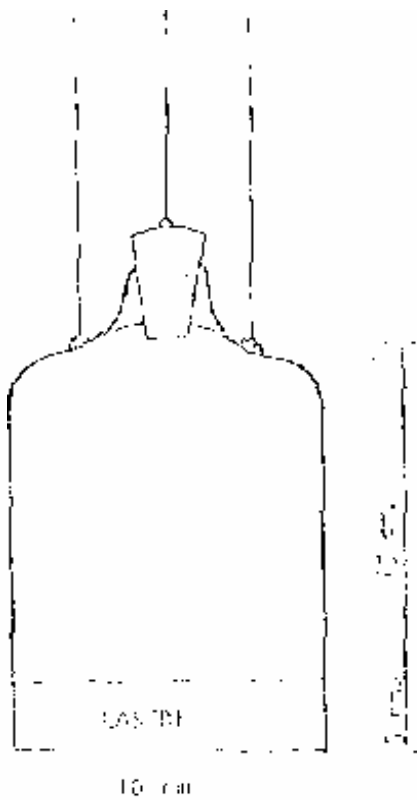


FIGURA 3.- FRASCO MUESTREADOR PARA AZUFRE LÍQUIDO

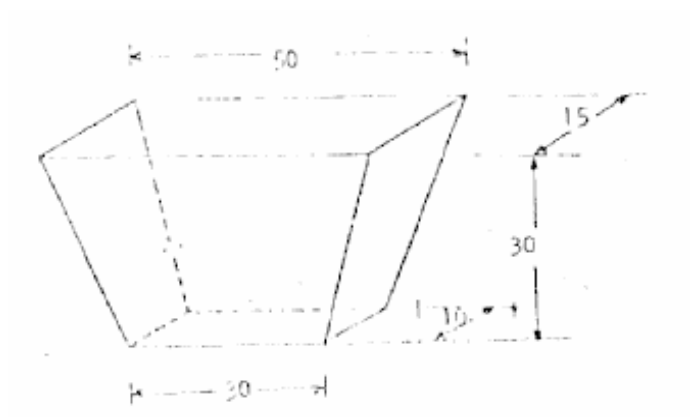


FIGURA 4.- COPA PARA MUESTREAR EN BANDA TRANSPORTADORA

3 PROCEDIMIENTO DE MUESTREO

La exactitud del procedimiento de muestreo, depende básicamente, del estado físico del azufre, forma física (polvo, gránulos, trozos irregulares), peso en kilogramos o volumen en litros de las muestras unitarias, localización relativa de las muestras unitarias en la partida, magnitud de la partida, si está en reposo, almacenada o transfiriéndose hacia o del vehículo de transporte, y procedimiento de preparación de la muestra representativa (ver 4.1.8).

3.1 Precauciones previas al muestreo

3.1.1 Sobre seguridad

De acuerdo con las características físicas del azufre, se usa el equipo de seguridad apropiado y se observan las medidas y procedimientos de seguridad convenientes.

3.1.2 Sobre el lugar y momento de la toma de muestras

Con el propósito de eliminar dificultades insuperables, en cantidades de azufre a granel mayores de 50 toneladas, y para disminuir costos en la preparación de una muestra representativa, debe efectuarse el muestreo en el lugar y momento oportunos, preferentemente el momento de carga o descarga del azufre, previo acuerdo entre comprador y vendedor.

3.1.3 Sobre la uniformidad y segregación

En todos los casos, especialmente tratándose de azufre en polvo y a granel, se toma una muestra al azar, a fin de tener idea de la proporción de gruesos y finos en el azufre para determinar si hay segregación.

3.1.4 Sobre medidas de carácter particular

3.1.4.1 Azufre líquido en reposo

En el caso de azufre líquido, que se encuentra generalmente a 135°C, debe dejarse sumergido el muestreador en el azufre líquido 5 minutos cuando menos antes de tomar la muestra, para que alcance la misma temperatura del azufre y así evitar un muestreo erróneo.

3.1.4.2 Azufre líquido en movimiento

En el caso del azufre líquido en movimiento, los ductos y accesorios del sistema de muestreo deben estar aislados térmicamente y tener un sistema adecuado de calefacción. Si el muestreo se hace en forma continua, el ajuste del flujo se hace una sola vez y no debe cambiarse durante toda la transferencia. Si las muestras se toman con intermitencias, debe asegurarse que la línea de muestreo se drene perfectamente antes de tomar las muestras unitarias. La disposición de los accesorios de muestreo para azufre líquido en movimiento, se ilustran en la figura 5.

3.2 Extracción y preparación de las muestras unitarias

3.2.1 Azufre en polvo, envasado

3.2.1.1 Se considera azufre envasado, el que está contenido en recipientes hasta de 200 kg. de capacidad. El número de muestras unitarias que deben tomarse está determinado por la cantidad total de unidades de producto (envases) y viene indicado en la tabla No. I. Cada muestra unitaria se toma de un envase distinto, que se selecciona al azar. La muestra se extrae usando la sonda del tamaño más adecuado a la forma física de cada envase. Antes de la toma de la muestra, debe homogeneizarse lo mejor posible el contenido del envase (ver fig. 6).

3.2.2 Azufre sólido a granel

3.2.2.1 Se considera azufre a granel, aquel que no se encuentra contenido en ningún recipiente. Para determinar la forma en que debe tomarse cada muestra, se consideran dos casos:

3.2.2.2 Azufre Sólido en reposo

De acuerdo con el total de unidades de producto (t) se determina en la tabla I el número de muestras unitarias que deben tomarse. Se distribuye el azufre de tal forma que presente una profundidad uniforme. Se divide la superficie exterior obtenida en un número de secciones iguales al número de muestras unitarias que deben tomarse. Usando la sonda del tamaño más adecuado se extraen las muestras de la porción media de cada sección.

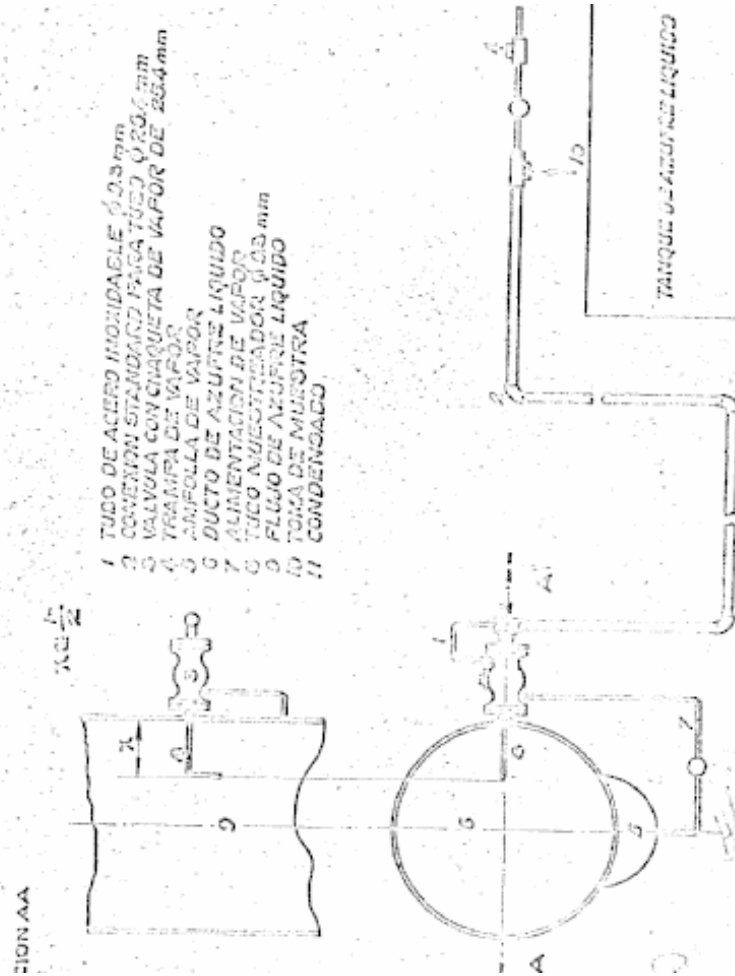


FIGURA 5 SISTEMA PARA MUESTREAR AZUFRE LIQUIDO EN MOVIMIENTO

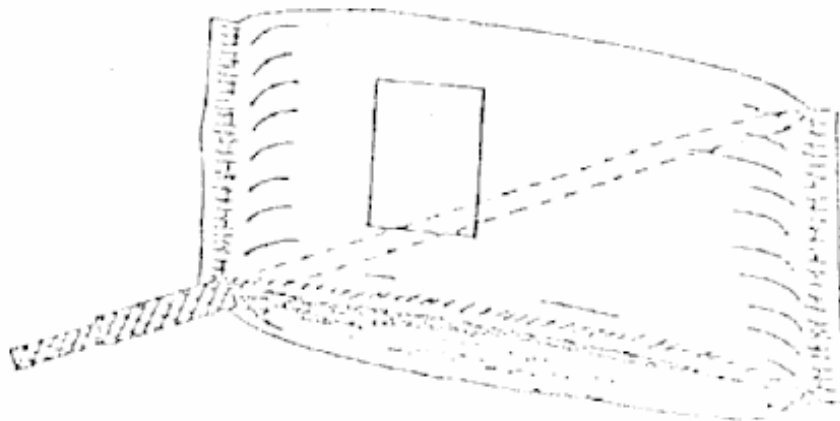


FIGURA 6

3.2.2.3 Azufre sólido en movimiento

Se entiende por azufre sólido en movimiento, cuando el producto es transportado durante la carga o descarga por bandas, palas mecánicas, vagonetas, palas manuales, etc. De acuerdo con el total de unidades de producto (t) se determina en la Tabla I el número de muestras unitarias que deben tomarse. Se fija un factor de espaciado igual al total de unidades de producto entre el número de muestras unitarias que deben tomarse. Cada vez que se cargue o se descargue una cantidad de unidades de producto igual al factor de espaciado se toma una muestra unitaria.

TABLA I

Número de muestras unitarias de azufre que se toman según el número de unidades de producto

Número de unidades de producto envasadas (sacos, etc.) o de granel (t)	Número de muestras unitarias por tomar.
1 -	1
2 -	2
3 -	3
4 - 64	4
65 - 126	5
126 - 216	6
217 - 443	7
344 - 512	8
513 - 729	9
730 - 1000	10
1001 - 1331	11
1332 - 1728	12
1729 - 2197	13
2198 - 2744	14
2745 - 3375	15
3376 - 4096	16
4097 - 4913	17
4914 - 5832	18
5833 - 6859	19
6860 - 8000	20
8001 - 15625	25
15626 - 27000	30

X. Cuando la cantidad de unidades de producto (envases o toneladas) sea un número mayor de 27000, el número de muestras unitarias que deben tomarse es igual a la raíz cúbica de la cantidad total de unidades de producto.

3.2.3 Azufre líquido

3.2.3.1 Azufre líquido en reposo

Se entiende por azufre líquido en reposo, el producto fundido contenido en recipientes estacionarios.

3.2.3.1.1 Si se tiene la seguridad de que el producto está homogeneizado, se toma cuando menos una muestra de cada recipiente en la siguiente forma:

Se introduce el frasco muestreador, cerrado, hasta el fondo del recipiente.

Se acciona el mecanismo de apertura del frasco e inmediatamente se saca a una velocidad tal que, quede lleno en sus tres cuartas partes.

3.2.3.1.2 Se vierte el contenido del frasco muestreador en vasos de vidrio refractario de forma cónica y se sacan las porciones solidificadas (ver 4 1.10).

3.2.3.1.3 Si no se tiene la seguridad de que el producto está homogeneizado, para determinar la forma en que deben tomarse las muestras unitarias se consideran dos casos posibles:

3.2.3.1.4 Azufre líquido en reposo contenido en recipientes de posición horizontal.

Se divide en tres partes la altura del líquido y se toman tres muestras unitarias de la parte media del tercio superior, cuatro de la parte media del tercio central y tres de la parte media del tercio inferior, en la siguiente forma:

3.2.3.1.5 Se introduce el frasco muestreador cerrado hasta la profundidad correspondiente. Se acciona el mecanismo de apertura y se llena con el producto. Se saca el frasco muestreador, y se prosigue como se indica en 3.2.3.1.2.

3.2.3.1.6 Azufre líquido en reposo contenido en recipientes cilíndricos en posición vertical.

El número de muestras unitarias que deben tomarse de cada tercio se determina de acuerdo con la Tabla II. Cada muestra se extrae como se indica en 3.2.3.1.5 Si el recipiente es seccional, cada compartimiento se muestrea de acuerdo con el procedimiento correspondiente a su configuración.

TABLA II

Muestreo en tanques cilíndricos verticales

Altura del líquido en % del diámetro \approx	Altura de muestreo % del diámetro arriba del fondo			Número de muestras unitarias a tomar para formar la muestra representativa.		
	Sup	Media	Inf	Sup	Media	Inf
100	80	50	20	3	4	3
90	75	50	20	3	4	3
80	70	50	20	2	5	3
70	--	50	20	-	6	4
60	--	50	20	-	5	5
50	--	40	20	-	4	6
40	--	--	20	-	-	1
30	--	--	15	-	-	1
20	--	--	10	-	-	1
10	--	--	5	-	-	1

$$\% \text{ La altura del líquido en \% del diámetro} = \frac{\text{altura del líquido}}{\text{diámetro}} \times 100$$

3.2.3.2 Azufre líquido en movimiento

Se entiende por azufre líquido en movimiento el producto fundido (130-140°C) cuando es transportado a través de tuberías o ductos con un sistema de calefacción adecuado. Para determinar la forma en que deben tomarse las muestras unitarias, se consideran dos casos:

3.2.3.2.1 Preferentemente para el muestreo de azufre líquido en movimiento se recomienda un sistema de muestreo continuo con una disposición de accesorios como se indica en la figura 5. La cantidad de muestra extraída durante el tiempo que dure la transferencia debe ser de tantos kilogramos como el número de muestras que se debieran tomar de acuerdo con la Tabla I para la cantidad total de unidades de producto (t) transferidas (ver 3.1.4.2).

3.2.3.2.2 Alternativamente, la forma de muestreo del azufre líquido en movimiento se hace en la siguiente forma: De acuerdo con el total de unidades de producto (t) que se van a transferir, se determina en la Tabla I el número de muestras unitarias que deben tomarse. Se fija un factor de espaciado igual al total de unidades de producto por transferir entre el número de muestras que deben tomarse. Cada vez que se transfiere una cantidad de

unidades de producto igual al factor de espaciamiento se toma una muestra unitaria. Se prosigue como se indica en 3.2.3.1.3 (ver 3.1.4.2).

3.3 Preparación de la muestra representativa

3.3.1 Se tritura cada una de las muestras unitarias extraídas de la partida para que pasen en su totalidad por un tamíz de 4760 micras de abertura. Se mezclan y se homogeneizan. (Ver 4.1.9)

3.4 Preparación de la muestra representativa reducida

3.4.1 Se forma un cono truncado con la muestra representativa triturada. Se divide el cono en cuatro porciones iguales, se separan dos cuartos opuestos y se desechan. Los dos cuartos restantes se mezclan y se homogeneizan. Se forma un cono truncado con esta fracción, se divide en cuatro porciones iguales y se repite el procedimiento anterior. En la misma forma se continúa la reducción de la muestra representativa hasta obtener una porción de aproximadamente 1 kg. Se prosigue como se indica en 3.4.3

3.4.2 Alternativamente, puede usarse un cuarteador del tipo revólver. En este caso, la muestra representativa molida se hace pasar a través del cuarteador, procurando que el producto fluya en forma continua y uniforme a través de todas las canales del aparato. La porción separada de uno de los lados del cuarteador se desecha, la porción restante se homogeneiza y se hace pasar nuevamente a través del cuarteador. En la misma forma se continúa reduciendo la muestra representativa hasta obtener una porción de aproximadamente 1 kg.

3.4.3 La porción resultante se muele a que pase en su totalidad por un tamiz con malla de 149 micras de abertura. Se homogeneiza el producto moviéndolo en todas direcciones sobre una tela ahulada. Se forma un cono truncado con la muestra y se divide en tres porciones iguales. Se transfiere cada porción a un frasco con cierre hermético y se lacra. Las muestras así obtenidas se destinarán en la siguiente forma: una para el comprador, una para el vendedor y una para caso de tercera (ver 4.1.11).

4 APENDICE

4.1 Observaciones

4.1.1 Las ranuras de las sondas deben ser como mínimo tres veces mayor que el diámetro de la partícula más grande contenida en el azufre por muestrearse.

4.1.2 El ancho de la boca de la copa muestreadora de la banda transportadora debe ser como mínimo tres veces mayor que el diámetro de la partícula más grande contenida en el azufre por muestrear. El largo de la boca debe ser suficiente para cortar totalmente la corriente del azufre, cuando éste cae de la banda transportadora.

4.1.3 El cuarteador de muestras estará construido de un material resistente a la corrosión y debe estar diseñado de tal modo que la alimentación uniforme del azufre por muestrear, divida a la muestra en la parte superior de las aberturas rectangulares, en medios representativos.

4.1.4 Los recipientes para muestra representativa deben ser de un material que no permita la absorción o salida de humedad.

4.1.5 El vapor que debe usarse en sistema de calefacción del azufre líquido, debe tener una presión monométrica de 3.5 a 4 kilogramos por centímetro cuadrado.

4.1.6 El frasco muestreador para azufre líquido debe ser un recipiente de acero inoxidable en forma de botella de 500 ml de capacidad, lo suficientemente pesado como para permitir que se sumerja en azufre líquido; el tapón se acondicionará de tal manera que se abra de un tirón brusco para permitir tomar la muestra a un nivel determinado. Esta botella debe tener una asa para sujetarla y un alambre accionará el mecanismo de apertura rápida. Cuando la botella se abra, una vez que esté en el fondo, y se saque lentamente hacia la superficie, se obtendrá una muestra de azufre de todos los niveles.

4.1.7 Los recipientes para recibir las muestras unitarias de azufre sólido deben ser cajones de madera de 20 dm³ de capacidad y los de azufre líquido, recipientes de cristal refractario de capacidad adecuada.

4.1.8 Teniendo en cuenta las múltiples dificultades de orden técnico que implica el muestreo, deben observarse cada una de las indicaciones de esta Norma, con el fin de reducir a la máxima sencillez el procedimiento de muestreo.

4.1.9 El tamiz con malla de 4760 micras de abertura corresponde a los tamices U.S. Standard No. 4 y Tyler No. 4. El tamiz con malla de 149 micras de abertura corresponde a los tamices U.S. Standard No. 100 y Tyler No. 100.

4.1.10 El vaso se llena hasta las tres cuartas partes, procurando dejar limpiar la superficie vacía.

4.1.11 La muestra así preparada no tiene propiedades explosivas.

4.2 Normas de referencia

NMX-Y-035-1968 Norma de Método de Muestreo de Fertilizantes Líquidos, en polvo y en gránulos.

NMX-J-097-1967 Norma de Planes de Muestreo y Procedimientos de inspección para diferentes niveles de calidad aceptables.

NMX-K-050-1968 Norma de Calidad para Azufre.

4.3 Bibliografía

4.3.1 Métodos de Muestreo usados por Monsanto Mexicana, S.A.

4.3.2 Métodos de Muestreo para Azufre Líquido usado por Azufrera Panamericana, S.A.

México, D.F., Agosto 9, 1971

EL C. DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Jose M. Alcala A.', with a long horizontal stroke extending to the right.

ING. JOSE M. ALCALA A.

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 18, 1971