

UNIVERSIDAD DE ORIENTE
NÚCLEO DE ANZOÁTEGUI
ESCUELA DE INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



**ESTIMACIÓN DE LAS INCERTIDUMBRES DE LAS MEDICIONES EN
ENSAYOS PARA EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD EN EL
CONTROL DE LA MOLIENDA DE CRUDO Y MOLIENDA DE
CEMENTO EN UNA PLANTA CEMENTERA**

Presentado por:

ANGÉLICA MARÍA OVALLES SOTILLO.

**Trabajo de grado presentado ante la Universidad de Oriente como
requisito parcial para optar al título de:
INGENIERO QUÍMICO**

Puerto la Cruz, abril del 2011.

UNIVERSIDAD DE ORIENTE
NÚCLEO DE ANZOÁTEGUI
ESCUELA DE INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



**ESTIMACIÓN DE LAS INCERTIDUMBRES DE LAS MEDICIONES EN
ENSAYOS PARA EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD EN EL
CONTROL DE LA MOLIENDA DE CRUDO Y MOLIENDA DE
CEMENTO EN UNA PLANTA CEMENTERA**

ASESORES

Ing. Quím. Alexis Cova, MSc.
Asesor Académico

Ing. Quím. Rebeca Meneses.
Asesor Industrial

Puerto la Cruz, abril del 2011.

**UNIVERSIDAD DE ORIENTE.
NÚCLEO DE ANZOÁTEGUI.
ESCUELA DE INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS.
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA.**



**ESTIMACIÓN DE LAS INCERTIDUMBRES DE LAS MEDICIONES EN
ENSAYOS PARA EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD EN EL
CONTROL DE LA MOLIENDA DE CRUDO Y MOLIENDA DE
CEMENTO EN UNA PLANTA CEMENTERA**

JURADO CALIFICADOR:

Ing. Quím. Alexis Cova, MSc.

Asesor Académico

Ing. Quím. Héctor Silva, MSc.

Jurado Principal

Ing. Quím. Frank Parra.

Jurado Principal

Puerto la Cruz, abril del 2011.

RESOLUCIÓN

De acuerdo con el artículo 41 del Reglamento de Trabajos de Grado de la Universidad de Oriente:

“Los Trabajos de Grado son de exclusiva propiedad de la Universidad de Oriente, y sólo podrán ser utilizados para otros fines con el consentimiento del Consejo de Núcleo respectivo, quien deberá participarlo previamente al Consejo Universitario, para su autorización”.

DEDICATORIA

Con gran amor, dedico este trabajo a mi padre celestial, quien supo guiarme y escucharme en momentos donde todo lo veía perdido, y sobre todo por cruzar en mi camino a personas maravillosas que hicieron posible este logro.

Angélica Ovalles

AGRADECIMIENTOS

A mis padres por brindarme todo el apoyo necesario en mi vida, déjenme decirles que los amo. A ti Rosita gracias por ser más que una madre una amiga y por tener siempre una respuesta sabía a mis preguntas. A ti papa gracias por consentirme, y ser un apoyo tanto para mi como toda mi familia, a veces creo que me regañas mucho, pero ahora entiendo que lo haces porque me quieres y deseas lo mejor para mi.

A mis hermanos (Rosaully y Saúl), por haber compartido muchos momentos de mi vida; ustedes son especiales, cada uno con sus tropiezos han salido adelante es por ello que me siento muy orgullosa de tenerlos como hermano, los quiero muchísimo, mil bendiciones.

A mi hermano Rene, aunque no convivimos juntos quiero darte las gracias por siempre estar pendiente de mí.

A mi segunda mamá, tía Elvira, gracias por abrirme muchas veces la puerta de tu casa y permitirme compartir junto a mi padrino Javier y primos en muchos viajes increíbles.

A mis tíos: Gonzalo, Nuvia, Yannely, Migdale, Frank, Ronni (aunque no estés a nuestro lado te recordaré siempre), a todos muchas gracias por colaborar en todo momento, los quiero mucho.

A ti José de Jesús (negro), gracias por convertirte en alguien tan especial en mi vida, llegaste en el momento preciso, quiero que sepas que ya no te veo como mi novio sino como la persona con quien quiero pasar el resto de mi vida, espero que Dios lo permita, te quiero muchísimo.

A mis amigas Yoscary, Yohana, Mary; juntas vivimos momentos maravillosos, gracias por hacer de la universidad una de las experiencias mas hermosas y satisfactorias, son un regalo especial que Dios me envió, bendiciones a todas.

A mis amigos Aleysa, Yalimar y Carlos, compartir con ustedes fue muy gratificante, fueron un grupo alocado, y no piensen mal, hicieron divertido muchos momentos de estudio, los quiero.

A mi tutora industrial, Ing. Rebeca Meneses, gracias por brindarme la oportunidad de realizar las pasantías en las instalaciones de Cemex Venezuela, usted con mucha paciencia supo encaminarme en el trabajo que tuve que desarrollar. Además quiero agradecer al equipo de trabajo de producción y de calidad (Sr. Roca, David, José, Verónica, Barroso, Sra. Migdalia, Ivan Tineo, Jesús Verde); por toda la colaboración y el buen trato prestado.

A mi tutor académico, Ing. Alexis Cova, por ayudarme a entender que la redacción es un arte y un oficio que todo profesional debe manejar, con claridad y sencillez.

Finalmente debo agradecer a la Universidad de Oriente por acogerme durante mis años de estudio, a ti te debo lo que soy y lo que seré en el futuro.

A todos, muchas gracias

RESUMEN

Se realizó la estimación de las incertidumbres de las variables fisicoquímicas seleccionadas para el aseguramiento de la calidad de los sistemas de molienda de crudo y molienda de cemento, en Cemex SACA, empresa en transición, en Pertigalete, estado Anzoátegui. En primer lugar, se hizo un seguimiento de los parámetros de control y operación de las moliendas estudiadas, estableciendo de este modo los principales factores que inciden en la variabilidad de los ensayos fisicoquímicos, los cuales son: fallas en el sistema de dosificación de molienda de crudo, cambios en la velocidad del separador y dosificación de yeso en el sistema de molienda de cemento. Hecho el seguimiento de los parámetros de control y de operación, se efectuaron comparaciones de las pruebas interlaboratorios organizado por la ASTM y por el laboratorio central de la empresa Cemex, para medir el desempeño de las mediciones fisicoquímicas de la planta Pertigalete con otras instituciones; demostrando en este caso que todas las mediciones estudiadas son confiables analíticamente, a excepción de la determinación del óxido de hierro, óxido de magnesio y la finura medida en la malla N° 325 (45 μm), ya que no superaron el valor mínimo establecido por los laboratorios de referencia (89%). Luego de hallar tanto los factores de variabilidad como el índice de confiabilidad analítica, se desarrollaron modelos para las incertidumbres, resultando que, en la etapa de estimación, se detectó la componente que afecta en mayor grado la incertidumbre total de la medición. Con esta investigación se demostró que las incertidumbres fueron aceptables de acuerdo a la criticidad de la medición. Todo lo contrario sucedió con la determinación de óxido de magnesio por el método de rayos X (control de la molienda de crudo tipo I), cuya relación entre la tolerancia del proceso y la incertidumbre no superó el valor mínimo para ser aceptado, la cual es mayor a 3.

TABLA DE CONTENIDO

RESOLUCIÓN	IV
DEDICATORIA	V
AGRADECIMIENTOS	VI
RESUMEN	VIII
CAPÍTULO 1	18
INTRODUCCIÓN	18
1.1 RESEÑA DE LA EMPRESA.....	18
1.2 PLANTEAMIENTO DE PROBLEMA	18
1.3 OBJETIVOS.....	19
1.3.1 Objetivo general.....	19
1.3.2 Objetivos específicos	20
CAPÍTULO 2	21
MARCO TEÓRICO	21
2.1 ANTECEDENTES.....	21
2.2 GENERALIDADES.....	21
2.2.1 Proceso de fabricación del cemento.....	21
2.2.1.1 Explotación en canteras.....	22
2.2.1.2 Trituradoras.....	24
2.2.1.3 Almacenamiento de materias primas en vía seca.....	24
2.2.1.4 Molienda de crudo en vía seca.....	24
2.2.1.5 Homogeneización y almacenamiento de crudo en vía seca.....	24
2.2.1.6 Cocción	25
2.2.1.7 Molienda de clinker.....	25
2.2.1.8 Ensacado y despacho	25
2.2.2 Composición química del cemento	25

2.2.2.1 Componentes principales	25
2.2.2.2 Componentes secundarios	27
2.3 CONTROL EN LA PRODUCCIÓN DE CRUDO Y CEMENTO	28
2.3.1 Control de materias primas y harina cruda	28
2.3.2 Control en la producción de cemento.....	29
2.3.2.1 Control en la adición de yeso a la molienda de cemento	29
2.3.2.2 Control en la finura de cemento	30
2.4 PARÁMETROS DE OPERACIÓN DE LOS SISTEMAS DE MOLIENDA	31
2.4.1 Parámetros de operación de un molino de harina cruda	31
2.4.2 Parámetros de operación de un molino de cemento.....	32
2.4.3 Sistema de información para plantas de proceso: PI sistem	34
2.5 PRUEBAS DE INTERLABORATORIOS	34
2.6 TRATAMIENTOS ESTADÍSTICOS	35
2.6.1 Promedio aritmético(X)	35
2.6.2 Desviación estándar	35
2.6.3 Control estadístico de proceso	36
2.6.3.1 Diagramas de corridas.....	36
2.6.3.2 Diagramas de control estadístico	37
2.7 INCERTIDUMBRE DE LAS MEDICIONES SEGÚN LA GUÍA BIPM/ISO	37
2.7.1 Definición del mensurando	37
2.7.1.1 Medición directa.....	37
2.7.1.2 Medición indirecta	37
2.7.2 Identificación del modelo matemático	38
2.7.3 Determinación de las magnitudes de entrada y el resultado de la medición ó mensurando	38
2.7.4 Identificación de las fuentes de incertidumbre.....	38
2.7.5 Cuantificación de las fuentes de incertidumbre	40
2.7.6 Evaluación de la incertidumbre estándar	40
2.7.6.1 Evaluación Tipo A de la incertidumbre estándar	40
2.7.7 Evaluación tipo B de la incertidumbre estándar	42
2.7.8 Incertidumbre del resultado de la medición	45

2.7.8.1 Incertidumbre estándar combinada	45
2.7.8.2 Incertidumbre expandida.....	47
2.7.9 Expresión del resultado de la medición	48
CAPÍTULO 3.....	49
DESARROLLO DEL TRABAJO	49
3.1 ANÁLISIS DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN Y CONTROL DEL MOLINO DE CRUDO N° 10 Y MOLINO DE CEMENTO N°11	49
3.1.1 Selección de las variables fisicoquímicas de control y operativas del molino de crudo N°10 y molino de cemento N°11.....	49
3.1.1.1 Selección de las variables fisicoquímicas de control	50
3.1.1.2 Selección de los parámetros de operación	50
3.1.2 Recopilación de datos	51
3.1.3 Tiempo de recolección	51
3.1.4 Organización de los datos	51
3.1.5 Tratamiento estadístico	53
3.1.6 Control estadístico de proceso	54
3.2 COMPARACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LAS MEDICIONES FISICOQUÍMICAS DE LA PLANTA PERTIGALETE CON OTRAS INSTITUCIONES.....	55
3.2.1 Pruebas de interlaboratorios organizado por la ASTM.....	55
3.2.1.1 Selección de los ensayos fisicoquímicos.....	56
3.2.1.2 Recolección de datos.....	56
3.2.1.3 Estimación del puntaje de la medición.....	57
3.2.1.4 Cálculo de la confiabilidad analítica de los resultados	58
3.2.2 Pruebas de interlaboratorios organizados por Cementos de Venezuela.....	59
3.3 MODELOS PARA EL CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE DE LAS MEDICIONES FISICOQUÍMICAS	60
3.3.1 Modelo para la estimación de la incertidumbre del análisis químico por fluorescencia de rayos X	61
3.3.1.1 Definición del mensurando	61

3.3.1.2	Identificación del modelo matemático del mensurando.....	62
3.3.1.3	Estimación del mensurando	62
3.3.1.4	Identificación de las fuentes de incertidumbre.....	62
3.3.1.5	Evaluación de las fuentes de incertidumbre.....	63
3.3.1.6	Incertidumbre estándar combinada	64
3.3.1.7	Incertidumbre expandida.....	65
3.3.1.8	Expresión del resultado de la medición	66
3.4	DETERMINACIÓN DE LAS INCERTIDUMBRES DE LOS MÉTODOS DE ENSAYOS QUÍMICOS Y FÍSICOS	66
3.4.1	Tolerancias del proceso.....	68
CAPÍTULO 4		70
DISCUSIÓN DE RESULTADOS		70
4.1	ANÁLISIS DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN Y CONTROL DEL MOLINO DE CRUDO N° 10 Y MOLINO DE CEMENTO N° 11	70
4.1.1	Análisis de las condiciones de operación y control del molino de crudo	70
4.1.1.1	Dosificadores de materias primas	70
4.1.1.2	Influencia de los dosificadores de materias primas en los parámetros de control de procesos	72
4.1.1.3	Fineza de la harina del molino de crudo N°10.....	73
4.1.2	Análisis de las condiciones de operación y control del molino de crudo N°11.....	75
4.1.2.1	Fineza del cemento tipo III	75
4.1.2.2	Porcentaje de sulfato presente en el cemento tipo III	78
4.1.3	Análisis de la variabilidad del crudo tipo I y cemento tipo III.....	80
4.2	COMPARATIVO DEL DESEMPEÑO DE LAS MEDICIONES FISICOQUÍMICAS DE LA PLANTA PERTIGALETE CON OTRAS INSTITUCIONES.....	82
4.2.1	Desempeño de las mediciones según la prueba CCRL.....	82
4.2.2	Desempeño de las mediciones según la prueba de verificación analítica.....	85

4.3 MODELOS PARA EL CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE DE LAS MEDICIONES FISICOQUÍMICAS	86
4.4 DETERMINACIÓN DE LAS INCERTIDUMBRES DE LOS MÉTODOS DE ENSAYOS QUÍMICOS Y FÍSICOS	88
RECOMENDACIONES.....	92
APÉNDICE A.....	¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
FOTOGRAFÍAS DE EQUIPÒS Y MATERIALES UTILIZADOS¡	ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
APENDICE B.....	¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
TABLAS DE DATOS Y GRÁFICOS	¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
APENDICE C.....	¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
GRÁFICOS Y TABLAS DE RESULTADOS¡	ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
APENDICE D.....	¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
MODELOS MATEMÁTICOS DE INCERTIDUMBRE¡	ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
APENDICE E.....	¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES¡	ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Proceso de fabricación del cemento Portland vía húmeda	22
Figura 2.2 Proceso de fabricación del cemento Portland vía seca	23
Figura 2.3 Modificación del método de Lea y Nurse, Blaine de permeabilidad).....	30
Figura 2.4 Arreglo de molienda de crudo con separador de primera generación.	32
Figura 2.5 Arreglo de molienda de crudo con separador de tercera generación.....	32
Figura 2.6 Molienda de cemento con separador de primera generación.....	33
Figura 2.8 Esquema del proceso de molienda de clinker a través del sistema PI.....	34
Figura 2.10 Estructura del diagrama de causa-efecto ó espina de pescado.	40
Figura 3.1 Diagrama de corrida de la saturación de cal (SAT) para el período I.	54
Figura 3.2 Procedimiento para el desarrollo de los modelos de las incertidumbres de las mediciones.	60
Figura 3.3 Diagrama causa-efecto de la incertidumbre de la medición análisis químico por fluorescencia de rayos X.....	62
Figura 4.1 Diagrama de corrida para el dosificador de esquisto, período IV.	71
Figura 4.2 Diagrama de corrida para la saturación de cal, período II.....	73
Figura 4.3 Diagrama de corrida para el parámetro pasante tamiz 200.....	74
Figura 4.4 Diagrama de corrida para el pasante tamiz 325, período III.....	76
Figura 4.5 Diagrama de corrida para la velocidad del separador, celosía y el flujo de alimentación en el molino 11, período III.....	77
Figura 4.6 Diagrama de corrida del área superficial del cemento por medio del permeabilímetro Blaine.....	78
Figura 4.7 Diagrama de corrida para el parámetro porcentaje de sulfatos, período III.....	79
Figura 4.8 Diagrama de corrida para dosificador de yeso y adición de polvillo en el molino 11, período III.	80
Figura 4.9 Principales factores que afectaron a la molienda de crudo tipo I.	80
Enero 2010.	¡Error! Marcador no definido.

Figura 4.10 Principales factores que afectaron retenido tamiz 45 μm en el cemento tipo III.....	81
Figura 4.11 Principales factores que afectaron la cantidad de sulfatos presente en el cemento tipo III.....	82
Figura 4.12 Desempeño de las mediciones analíticas en la molienda de crudo.	83
Figura 4.13 Confiabilidad analítica de las mediciones químicas en la molienda de crudo para el período 2007-2010.	83
Figura 4.14 Desempeño de las mediciones fisicoquímicas en la molienda de cemento para el período 2007-2010.....	84
Figura 4.15 Confiabilidad analítica de las mediciones fisicoquímicas en la molienda de cemento para el período 2007-2010.	84
Figura 4.16 Desempeño de las mediciones fisicoquímicas en las moliendas de crudo y cemento para el período 2007-2010, prueba de verificación analítica.	85
Figura 4.17 Confiabilidad analítica de las mediciones fisicoquímicas en las moliendas de crudo y cemento para el período 2007-2010, prueba de verificación analítica.	86

LISTA DE TABLAS

Tabla 2.1 Componentes principales del cemento.....	26
Tabla 2.2 Factores de corrección a un nivel de confianza de 95%.....	41
Tabla 3.1 Parámetros químicos de control de proceso.....	50
Tabla 3.2 Parámetros físicos de control de proceso.....	50
Tabla 3.3 Parámetros de operación de la molienda de crudo y cemento.....	50
Tabla 3.4 Variables fisicoquímicas de control de proceso en el molino de crudo 10 para el período I.....	52
Tabla 3.5 Límites de especificación de los parámetros fisicoquímicos de harina cruda y cemento.....	53
Tabla 3.6 Ensayos fisicoquímicos a emplear en las comparaciones interlaboratorios.....	56
Tabla 3.7 Valores de dióxido de silicio período 2007-2010 para la prueba CCRL.....	57
Tabla 3.8 Criterio para la estimación del puntaje de la medición.....	57
Tabla 3.9 Puntuaciones del dióxido de silicio período 2007-2010 para la prueba CCRL.....	58
Tabla 3.10 Puntuaciones del dióxido de silicio período 2007-2010 para la prueba de verificación analítica.....	59
Tabla 3.11 Métodos de medición en los ensayos fisicoquímicos.....	61
Tabla 3.12 Tratamiento estadístico del %SiO ₂	67
Tabla 3.14 Tolerancias de proceso para los ensayos fisicoquímicos en el control de la producción de crudo tipo I y cemento tipo III.....	69
Tabla 4.1. Tratamiento estadístico para la dosificación de esquisto.....	71
Tabla 4.2 Tratamiento estadístico para la saturación de cal.....	72
Tabla 4.3 Tratamiento estadístico del retenido tamiz 200 (74 μm).....	74
Tabla 4.4 Tratamiento estadístico para el retenido tamiz 325.....	76
Tabla 4.5 Tratamiento estadístico para el porcentaje de sulfato en el cemento.....	78
Tabla 4.6 Relación entre la tolerancia del proceso y la incertidumbre de la medición.....	88

Tabla 4.7 Relación entre la tolerancia del proceso y la incertidumbre expandida en el control de la producción de harina cruda tipo I y cemento tipo III.	88
Tabla 4.8 Mensurandos y componentes de las incertidumbres expandidas en la medición análisis químico por fluorescencia de rayos X.	89

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

1.1 RESEÑA DE LA EMPRESA

Cemex Venezuela, SACA, es una empresa dedicada a la producción y comercialización de cementos, clinker, yeso calcinado, morteros, concretos y agregados. Desde su fundación, en el año 1943, Cemex se ha distinguido a lo largo de la historia como una empresa orientada a satisfacer los más estrictos estándares de calidad de servicio a sus clientes.

Dicha Corporación está formada por un terminal de distribución localizada en Catia la Mar y cuatro Plantas productoras de cementos: Lara, Mara, Guayana y Pertigalete; de esta ubicación estratégica se atienden los mercados de consumo del Centro, Oriente y Occidente de Venezuela. Pertigalete agrupa dos unidades de producción planta I (proceso vía húmeda) y planta II (proceso vía seca); dentro de esta última se encuentran las etapas a estudiar, la molienda de crudo y la molienda de cemento, específicamente en la línea 6 de dicha planta.

1.2 PLANTEAMIENTO DE PROBLEMA

En los laboratorios de la gerencia de aseguramiento de la calidad se realizan controles para las fases antes mencionadas. Estos controles se inician con el muestreo de los materiales, la debida preparación de la muestra hasta la entrega de la misma para la realización diaria de análisis químicos y físicos con el objetivo de lograr satisfacer a los clientes.

La gerencia de aseguramiento de la calidad tiene la responsabilidad de asegurar que todos los controles se cumplan de acuerdo a los sistemas de gestión certificados por COVENIN-Fondonorma e ISO:9001, por tanto se requiere que en las pruebas realizadas a las molienda de crudo y molienda de cemento, se analicen los aspectos metrológicos de las mediciones de ensayos. Esto implica que los

resultados de las pruebas vayan acompañados de una información cuantitativa de incertidumbre, es decir una valoración de la calidad del mismo, con el propósito de mejorar el nivel de confiabilidad en los resultados de las mediciones, y a la vez contribuir a la implementación de un sistema de acreditación de laboratorio basado en la norma ISO:17025. Con esta certificación internacional, la planta Pertigalete II se estaría posicionando en los más altos estándares de calidad, brindando tranquilidad y confianza a quienes requieren sus productos.

A tal efecto, se seleccionaron las principales variables fisicoquímicas y operativas de las moliendas, llevando a cabo en principio un seguimiento de las mismas con el fin de analizar las tendencias que presentan, en cuanto a la operación y control, mostrando en cada caso los principales factores que afectan a la calidad de la harina cruda y el cemento.

Posteriormente, se realizaron comparaciones del desempeño de las mediciones fisicoquímicas de la planta Pertigalete con otras con otras plantas e instituciones, para ello se emplearon los ensayos interlaboratorios. Estableciendo seguidamente los modelos para los cálculos de las incertidumbres de las mediciones, utilizando en este caso la guía BIPM/ISO. Este documento es actualmente la referencia más completa sobre la evaluación y expresión de la incertidumbre de las mediciones, con una amplia aceptación internacional, contribuyendo a la solución de este polémico tema.

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo general

Estimar las incertidumbres de las mediciones en ensayos para el aseguramiento de la calidad, en el control del proceso del molino de crudo N° 10 y molino de cemento N° 11 en Planta Pertigalete.

1.3.2 Objetivos específicos

1. Analizar las condiciones de operación y control del molino de crudo N° 10 y molino de cemento N° 11.
2. Comparar el desempeño de las mediciones fisicoquímicas de la planta Pertigalete con otras instituciones.
3. Establecer los modelos para el cálculo de la incertidumbre de las mediciones fisicoquímicas.
4. Determinar las incertidumbres de los métodos de ensayos químicos y físicos.

CAPÍTULO 2

MARCO TEÓRICO

2.1 ANTECEDENTES

En 2003, Jiménez realizó la determinación de las incertidumbres de cada una de las mediciones efectuadas, en los departamentos de control de calidad, laboratorio y producción perteneciente a la empresa de revestimiento de tuberías Venezuela Atlántida Internacional, tomando en cuenta los pasos del procedimiento para su cálculo, así como también fuentes de incertidumbres atribuibles por los equipos de medición involucrados en la misma (**Jiménez, 2003**).

En 2004, González evaluó los procesos de preparación y análisis de mineral de hierro realizado en el laboratorio de calidad de la Ferrominera Orinoco C.A, enfocado en la implementación del sistema de calidad ISO 17025. Debido a esto se realizaron cálculos de las incertidumbres de medición, estudio estadístico y cuadros comparativos para establecer diferencias entre los procedimientos empleados en el laboratorio y los procedimientos normalizados ISO (**González, 2004**).

A igual que Jiménez (2003) y González (2004) se determinaron incertidumbres de las mediciones en el laboratorio de calidad, sin embargo a diferencia de ambos este tuvo como enfoque a la molienda de crudo y de cemento en una planta cementera. Por otro lado, González (2004) empleó herramientas estadísticas y cuadros comparativos, los cuales fueron de gran utilidad para el enfoque del tema. Además se desarrollaron otros métodos estadísticos tal como gráficos de control de proceso, distribución de probabilidad, métodos de mínimos cuadrados entre otros.

2.2 GENERALIDADES

2.2.1 Proceso de fabricación del cemento

En Venezuela se utilizan dos sistemas de fabricación de cemento: la vía húmeda (Figura 2.1), puesto que los materiales son procesados con agua y la vía seca

(Figura 2.2), en este caso las materias primas no requieren de agua para ser procesados. En ambos sistemas, el proceso general se inicia y finaliza con una serie de etapas comunes a ambas variantes, y sólo en el intermedio hay etapas que pueden ser diferentes de acuerdo a uno u otro sistema.

El proceso general de fabricación del cemento se puede subdividir en las etapas sucesivas que se describen a continuación: explotación en canteras, trituración, almacenamiento de materias primas, molienda de crudo, homogeneización, cocción, molienda de cemento, despacho.

2.2.1.1 Explotación en canteras

La explotación de las materias primas en las canteras se realiza en una forma sistemática y de acuerdo al siguiente programa operacional:

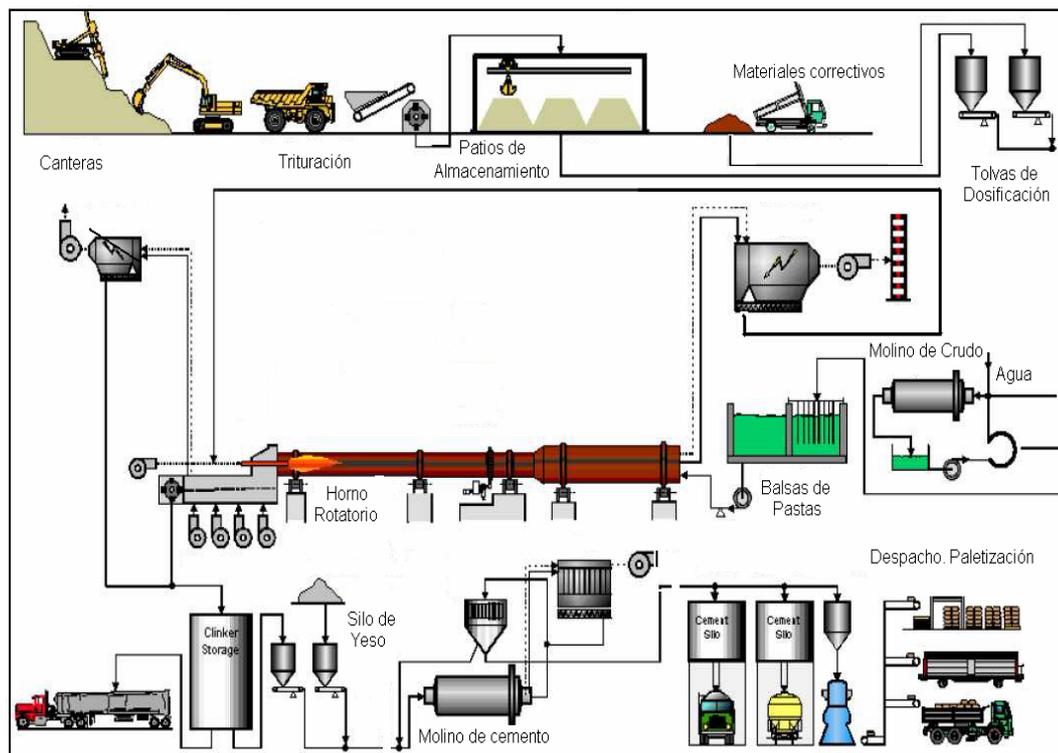


Figura 2.1 Proceso de fabricación del cemento Portland vía húmeda (Blanco, 2003).

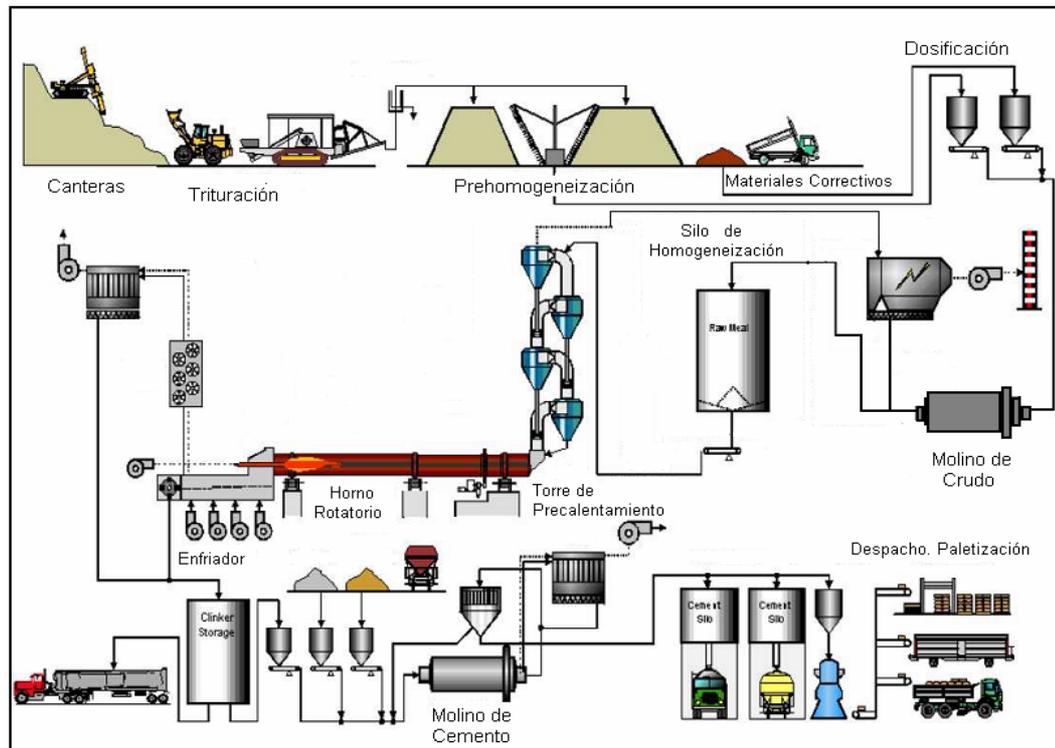


Figura 2.2 Proceso de fabricación del cemento Portland vía seca (Blanco, 2003).

A. Perforación

Se hacen por medio de perforadoras verticales que trabajan a rotoperCUSión. La profundidad de los pozos oscila entre 10 y 13 m, el diámetro de 4 a 5 pulgadas y la distancia entre pozos es de 2 a 3 m.

B. Voladuras

Después de perforados todos los pozos correspondientes a la voladura que se va a realizar, se procede a colocar los materiales explosivos en cada uno de ellos.

C. Carga y acarreo

Después de realizada la voladura, los materiales son cargados con palas mecánicas y/o cargadores frontales a los camiones roqueros. Las capacidades de estos camiones oscilan entre 20 y 90 toneladas y transportan el material removido a las trituradoras.

2.2.1.2 Trituradoras

Los materiales que se obtienen en las canteras suelen contener fragmentos bastantes grandes. Estos fragmentos pueden ocasionalmente sobrepasar un metro cúbico. Las materias primas deben ser reducidas a menores tamaños para ser procesadas industrialmente. Los equipos que cumplen con esta función son las trituradoras.

2.2.1.3 Almacenamiento de materias primas en vía seca

En vía seca, el almacenamiento de materias primas, recibe el nombre de prehomogeneización, la cual consiste en preparar una mezcla de varios o de un solo material que poseen características químicas variables, a fin de obtener un producto con una composición igual a la deseada de una manera uniforme y homogénea. En la planta Pertigalete II, se preparan pilas longitudinales de varios materiales utilizando el método Chevron.

2.2.1.4 Molienda de crudo en vía seca

En este sistema de molienda, la alimentación del molino, se realiza desde las tolvas de caliza, arcilla (erróneamente llamado esquisto en la planta de Pertigalete) y correctivos. Los materiales son dosificados por balanzas marca SHENCK y alimentados al molino a través de una banda transportadora.

La molienda de crudo se realiza en un molino de bolas doble rotador (marca POLYSIUS) de circuito cerrado con descarga central, compuesta de una cámara de presecado y dos de molienda.

2.2.1.5 Homogeneización y almacenamiento de crudo en vía seca

Esta etapa del proceso por vía seca utiliza un conjunto de cuatro silos: dos silos de homogeneización (silos de homo) y dos de almacenamiento, montados en pareja, con el silo de homogeneización sobre el de almacenamiento.

2.2.1.6 Cocción

En esta etapa del proceso se realizan las combinaciones y transformaciones físico-químicas que van a convertir la pasta cruda o la harina en un material con características diferentes llamado clinker.

2.2.1.7 Molienda de clinker

La molienda de cemento se realiza en molinos rotativos con cuerpos moledores metálicos distribuidos por tamaños en forma decreciente en las correspondientes cámaras que componen estas unidades. Desde las tolvas (vía húmeda) o desde los silos (vía seca) y a través de balanzas dosificadores se alimentan los molinos con clinker conjuntamente con yeso a un porcentaje que varía de 3 a 5%.

2.2.1.8 Ensacado y despacho

Los despachos se realizan en sacos de papel de 42,5 Kg, los cuales son llenados y pesados en ensacadoras que pueden ser fijas o rotatorias. En Pertigalete están instaladas cuatro unidades rotatorias que tienen una capacidad de 2000 sacos por hora. Actualmente se están despachando en todas las plantas paquetes de 42 y 54 sacos llamados paletas. La otra forma de despachar el cemento es a granel en camiones cisternas y en barcos especiales de hasta 30.000 toneladas (**Baron, 2000**).

2.2.2 Composición química del cemento

En la composición química del cemento Portland se destacan dos tipos de componentes o elementos:

- a) Componentes principales
- b) Componentes secundarios

2.2.2.1 Componentes principales

En la tabla 2.1 se nombran los principales componentes del cemento Portland:

Tabla 2.1 Componentes principales del cemento.

Nombre	Formula química	Formula Cementera
Oxido de calcio	CaO	“C”
Oxido de silicio	SiO ₂	“S”
Oxido de aluminio	Al ₂ O ₃	“A”
Oxido de hierro	Fe ₂ O ₃	“F”

Estos elementos contenidos originalmente en los crudos, reaccionan y se combinan entre si dentro del horno a temperaturas de hasta 1450°C y se transforman en clinker.

En los cálculos de la composición química de los crudos, (pasta y harina) los químicos utilizan unas reacciones entre los óxidos presentes llamados módulos. Sus valores les permiten obtener una visión rápida de las características químicas de los materiales en proceso. Estas relaciones se denominan: módulo silíceo y módulo alúmina, una relación semejante la representa la saturación de cal.

A. Módulo silíceo: representa la relación entre el porcentaje de óxido de silicio y la suma del óxido de aluminio y el óxido de hierro:

$$M_s = \frac{\%SiO_2}{\%Al_2O_3 + \%Fe_2O_3} \quad (\text{Ec. 2.1})$$

B. Módulo de alúmina: se le llama también módulo férrico y se expresa como la relación que existe entre el porcentaje de óxido de aluminio y el óxido de hierro:

$$M_A = \frac{\%Al_2O_3}{\%Fe_2O_3} \quad (\text{Ec. 2.2})$$

C. Saturación de cal: indica la proporción entre la cal (CaO) presente y la cal que se podría combinar teóricamente con los otros óxidos, usualmente se expresa como porcentaje:

$$SAT = \frac{\%CaO}{(2,85)\%SiO_2 + (1,18)\%Al_2O_3 + (0,65)\%Fe_2O_3} \quad (\text{Ec. 2.3})$$

2.2.2.2 Componentes secundarios

Los componentes secundarios están representadas por:

- Pérdida al fuego (P.F)
- Oxido de magnesio (MgO)
- Trióxido de azufre (SO₃)
- Álcalis (potasio y sodio) (K₂O y Na₂O)
- Cal libre (CaO_L)
- Residuo insoluble (R.I)

A. Pérdida al fuego

Determinación analítica que consiste en someter una muestra de clinker o cemento a una temperatura de aproximadamente 950°C.

B. Oxido de magnesio

El contenido de óxido de magnesio es un factor determinante de la calidad de clinker. Cuando la cantidad de MgO (periclasa) es superior al 5% en el clinker, el cemento producido puede ser expansivo. Sin embargo las normas COVENIN establecen un valor máximo permisible de 6% en el cemento producido con dicho clinker.

C. Trióxido de azufre

En el clinker el contenido de trióxido de azufre proviene de las materias primas o del combustible utilizado en el proceso de cocción. El sulfato presente en el clinker se encuentra generalmente como sulfatos alcalinos, pero, en clinker con un alto contenido de SO₃ (mayor de 0,5%) pueden presentarse como sulfatos de calcio dependiendo de las concentraciones relativas de sulfatos y álcalis en clinker. Es conveniente mantener en el clinker, un valor máximo de 1,0%.

D. Álcalis

Los álcalis representados por el óxido de potasio (K₂O) y el óxido de sodio (Na₂O), se volatilizan en el momento de la clinkerización pudiendo provocar

ciertas dificultades en el curso de proceso de cocción (Concreciones). También afectan a las resistencias mecánicas en el cemento endurecido.

E. Cal libre

Es la cal que no se puede combinar con el resto de los óxidos en el proceso de clinkerización. Este compuesto químico, indeseable en el clinker y el cemento origina expansiones a corto plazo en el concreto cuando se presenta en exceso, normalmente no debe excederse de 2,0%.

F. Residuo insoluble

Cantidad de material que no se disuelve en ácido clorhídrico (HCl) al 10% calentando por debajo del punto de ebullición durante un tiempo de 15 minutos. (Cemex, 2003).

2.3 CONTROL EN LA PRODUCCIÓN DE CRUDO Y CEMENTO

2.3.1 Control de materias primas y harina cruda

Uno de los requerimientos que debe cumplir una harina cruda es tener composición química estable, lograr esto implica un pleno conocimiento y control desde la geología de las canteras, la explotación de las mismas, hasta un control estricto en el proporcionamiento de materias primas al molino, así como de una operación estable del mismo.

El planteamiento de toda dosificación exige un balance de masa y un conocimiento de las transformaciones químicas que ocurren dentro del horno. En la práctica se fija como punto de partida la composición química del clinker en la proporción de minerales (C_3S , C_2S , C_3A y C_4AF) prefijada. Después se calculan los porcentajes de los óxidos (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO) presentes en esta proporción de minerales. Con estos datos, se calcula la composición requerida en la mezcla cruda y como paso final se calcula la dosificación de las materias primas (esquisto, caliza, hierro y arcilla), para cumplir dicha condición.

Es importante destacar que en el control de producción de mezclas crudas se emplean diferentes técnicas para la determinación de los distintos compuestos

químicos, en el caso de planta Pertigalete además de los métodos por vía húmeda se utiliza el método de rayos X (**Cemex, 1998**).

Para el control de producción de mezclas crudas, de crudos de alimentación de hornos y de cementos producidos se emplean procedimientos analíticos. La técnica más empleada para análisis químico son los métodos de rayos X.

La precisión del análisis de la fluorescencia de los rayos X puede ser influenciada por varios factores; es por eso que la precisión de los instrumentos es verificada periódicamente. Para este propósito un estándar sintético de composición química conocida es empleado.

Las muestras analizadas son en forma de tabletas comprimidas. Para obtener las superficies planas requeridas para el análisis se emplean presiones de 2300 kg/cm². Para obtener mejores resultados también se emplea el procedimiento de fusión; éste consiste en fundir la muestra con un compuesto químico como tetraborato de litio y presentarla al analizador como una pastilla vitrificada con una superficie plana. La colocación de las muestras en el aparato de rayos X es a través de un puerto con un sistema de sellado al vacío para evitar la exposición de rayos cuando es abierto (**Operum, 1999**).

2.3.2 Control en la producción de cemento

Existen dos controles básicos para producción de cemento; la adición de yeso y la finura del cemento, a continuación se describen ambos.

2.3.2.1 Control en la adición de yeso a la molienda de cemento

La cantidad de yeso añadida al clinker de cemento debe vigilarse cuidadosamente; en particular, un exceso de yeso lleva a una expansión y al rompimiento consecuente de la pasta fraguada de cemento. La cantidad de yeso adicionada al clinker de cemento se expresa como la masa de SO₃ presente; está limitado por la norma venezolana Covenin 28-93 a un máximo de 3,5%, pero en algunos casos se permiten porcentajes más altos. El SO₃ químicamente aplicable es el sulfato soluble aportado por el yeso y no el que proviene del combustible de alto azufre

(sección 2.2.2.2 parte C), el cual está adherido en el clinker; esto es por lo que el límite de SO_3 total actual es más alto que el pasado (Neville, 2000).

2.3.2.2 Control en la finura de cemento

La finura es una propiedad vital del cemento y tiene que someterse a un control cuidadoso. La fracción de cemento retenida en un tamiz de prueba de $45\ \mu\text{m}$ (ASTM número 325), aseguraría que el cemento no contiene un exceso de granos grandes que, a causa de su área superficial por masa unitaria comparativamente pequeña, sólo desempeñaría un papel secundario en los procesos de hidratación y de desarrollo de resistencia.

Sin embargo, las pruebas de tamizado no dan información sobre el tamaño de los granos menores que pasan por el tamiz $45\ \mu\text{m}$, y estas partículas finas tienen el papel más importante en la hidratación temprana. Por estas razones, las normas modernas prescriben una prueba para finura por medio de la determinación de la superficie específica del cemento.

La superficie específica de cemento se puede determinar por el método de permeabilidad en el aire, que utiliza un aparato desarrollado por Lea y Nurse. El método se basa sobre la relación entre el flujo de un fluido a través de un estrato granular y el área superficial de las partículas que comprenden el estrato.

Actualmente, se utiliza una modificación del método de Lea y Nurse, hecha por Blaine (Figura 2.3); el método es prescrito por la ASTM C 204-07 y por COVENIN 487-93. Aquí el aire no pasa a través del estrato o a un flujo constante, sino que un volumen conocido de aire pasa a una presión promedio determinada, disminuyendo continuamente la velocidad de flujo.



Figura 2.3 Modificación del método de Lea y Nurse, Blaine.

Aunque algunos requerimientos particulares no establecen valores mínimos de la superficie específica del cemento Portland, sino que se controlan indirectamente por el requerimiento de resistencia temprana, sin embargo, puede ser útil expresar que un cemento Portland común tendría una superficie específica del alrededor de 350 ó 380 m²/Kg, y la superficie específica del cemento Portland de endurecimiento rápido es comúnmente más alta (Neville, 1999).

2.4 PARÁMETROS DE OPERACIÓN DE LOS SISTEMAS DE MOLIENDA

En la operación de molinos de bolas es necesario monitorear y controlar las condiciones del proceso, con el fin de lograr una operación estable y óptima del proceso. Algunos de los parámetros son los mismos para la molienda de harina cruda y cemento. Sin embargo, para cada uno de estos tipos de molienda existen particularidades que los hacen diferentes a los demás. En esta sección se verán los parámetros de operación para cada uno de los procesos de molienda y debe tenerse en mente que arreglos diferentes pueden requerir diferentes formas de operación.

2.4.1 Parámetros de operación de un molino de harina cruda

En las figuras 2.4 y 2.5 se muestran dos arreglos típicos para la molienda de harina cruda en molinos de bolas con cámara de secado. En uno de estos arreglos se incorpora además un secador flash. En dichas figuras pueden verse los parámetros que normalmente se miden en estos arreglos, y se considera que con ellos están prácticamente cubiertos todos los casos (Operum, 1999).

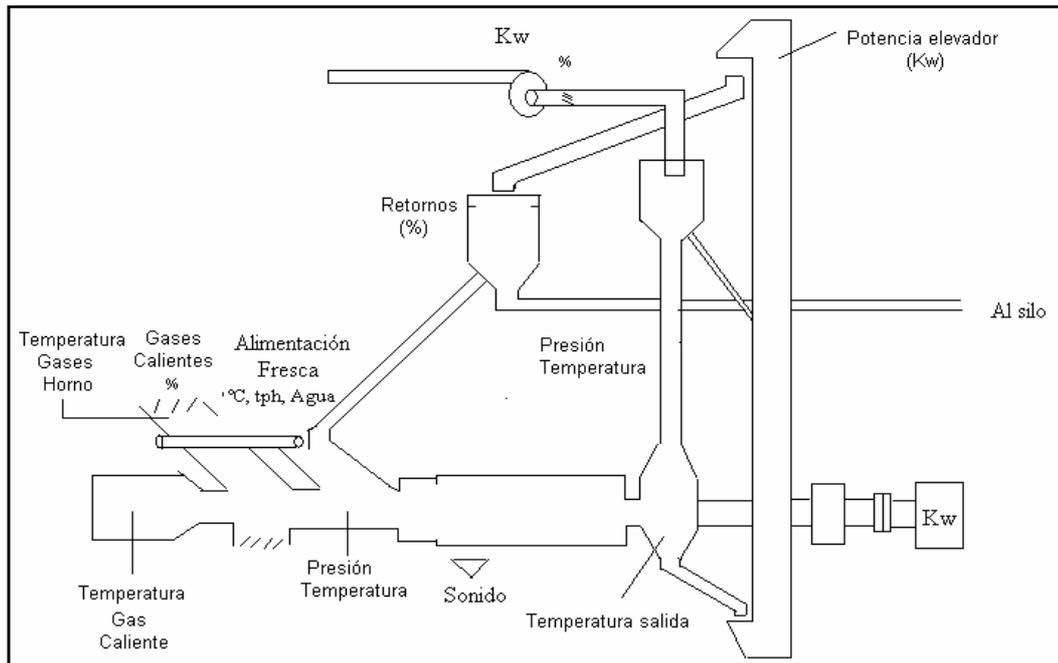


Figura 2.4 Arreglo de molienda de crudo con separador de primera generación (Operum, 1999).

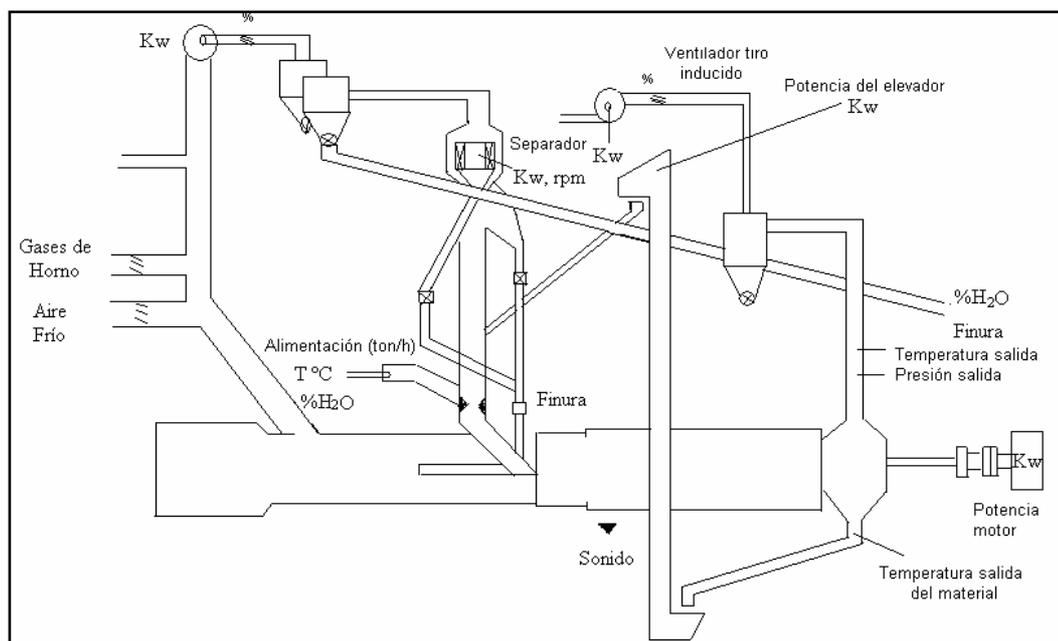


Figura 2.5 Arreglo de molienda de crudo con separador de tercera generación (Operum, 1999).

2.4.2 Parámetros de operación de un molino de cemento

En las figuras 2.6 y 2.7 se ven dos arreglos típicos para la molienda de cemento en molinos de bolas. Uno de estos arreglos considera un separador de primera

generación (tipo Sturtevant), alimentado por arriba, y el otro un separador de tercera generación (tipo Sepax) alimentado por abajo. En las figuras pueden verse los parámetros que normalmente se miden en estos arreglos, y se considera que con ellos están prácticamente cubiertos todos los casos (Operum, 1999).

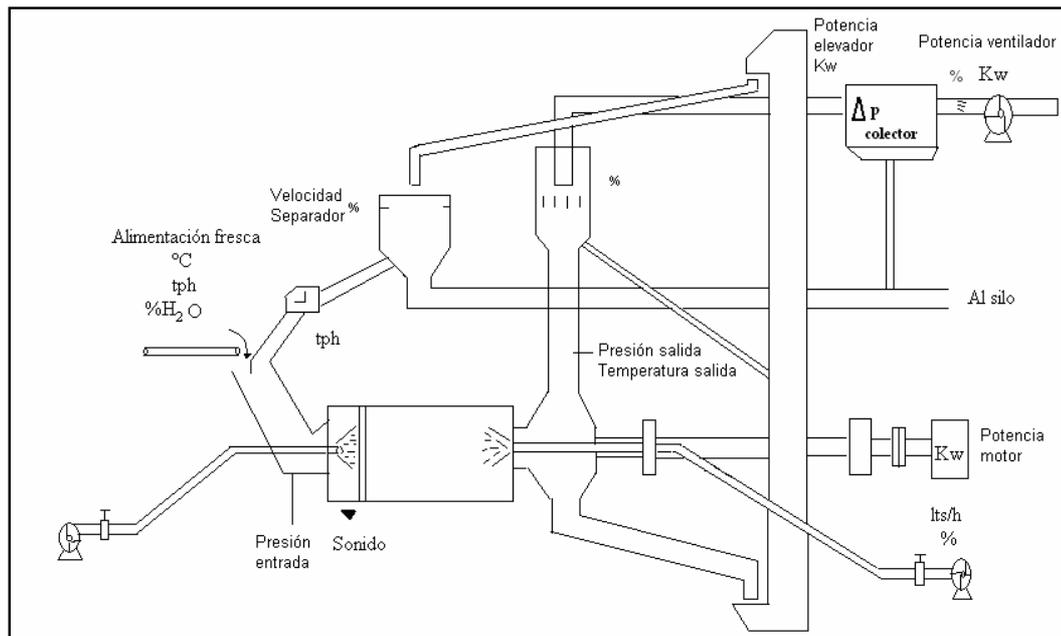


Figura 2.6 Molienda de cemento con separador de primera generación (Operum, 1999).

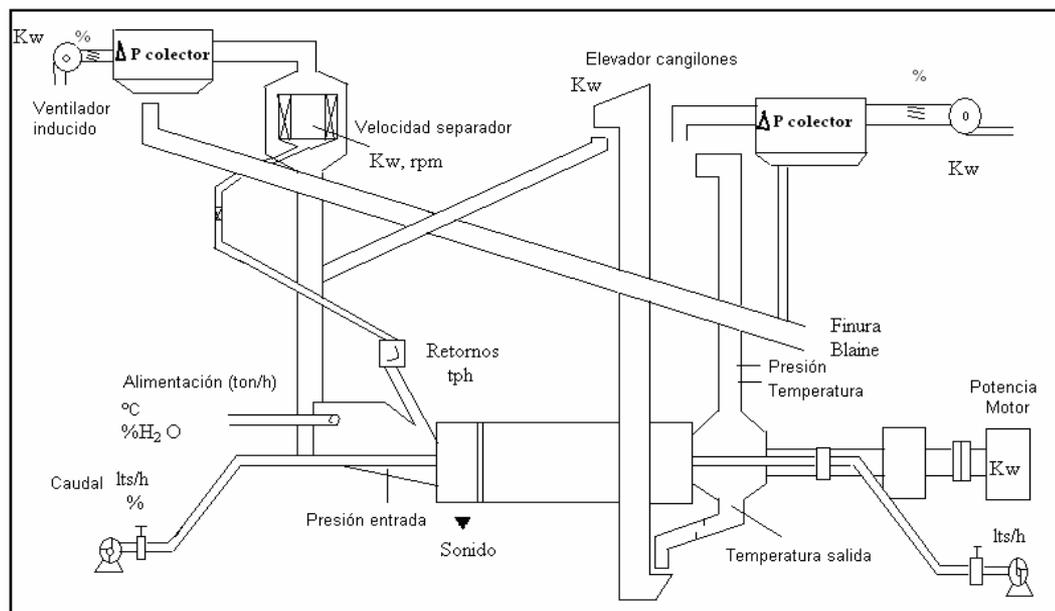


Figura 2.7 Molienda de cemento con separador de tercera generación (Operum, 1999).

2.4.3 Sistema de información para plantas de proceso: PI system

El sistema PI es un programa que automatiza completamente la recolección y almacenamiento de la historia de producción de una planta de cemento, suministra acceso sencillo a los datos en tiempo real para facilitar tanto la toma de decisiones, como el análisis a largo plazo.

Este software permite visualizar gráficamente tendencias y valores, entre otros, de las variables de proceso; logrando que cada usuario cree su propio libro de proceso para acceder a los datos según su necesidad particular desde una computadora personal, permite además traspasar datos en tiempo real hacia hojas de cálculo como Microsoft Excel. A continuación se muestra un sistema de molienda a través del sistema PI (**Fuente propia**).

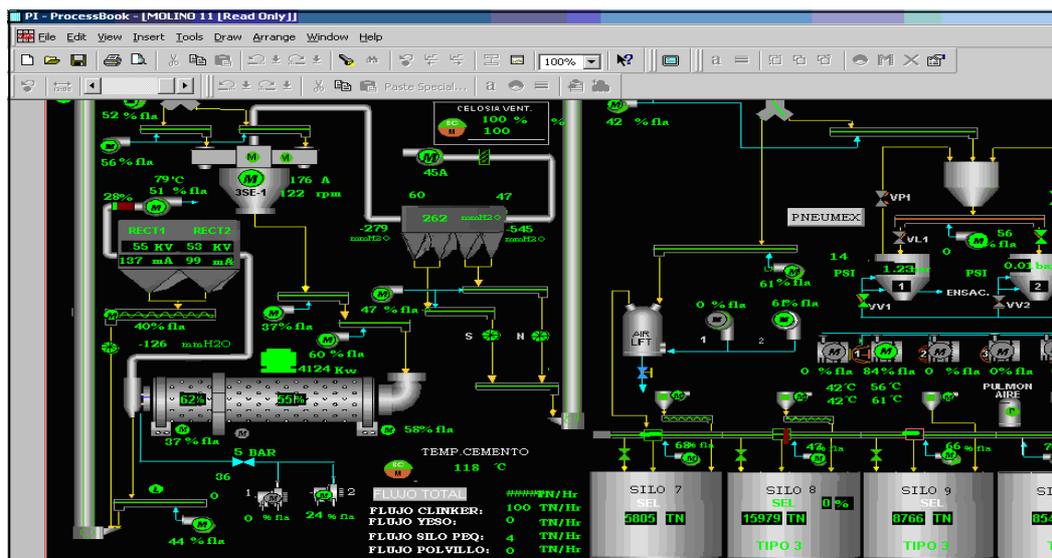


Figura 2.8 Esquema del proceso de molienda de clinker a través del sistema PI.

2.5 PRUEBAS DE INTERLABORATORIOS

Entre los programas de interlaboratorios implementados con el apoyo de los comités técnicos de ASTM, se encuentran el Grupo de Intercambio Nacional (para prueba de motores) del Comité D02 y el Laboratorio de Referencia para Cemento y Concreto (CCRL, por su sigla en inglés) de los Comités C01 sobre Cemento y C09 sobre Concreto y Agregados del Concreto. El CCRL es un programa de ASTM International que se lleva a cabo a través del Instituto Nacional de Normas

y Tecnología (NIST, por su sigla en inglés) y que incluye la prueba de competencia para el cemento y el concreto en áreas de materiales para la construcción.

Los comités técnicos de ASTM International se benefician con el reconocimiento como auspiciantes técnicos mundiales y líderes de los programas para las industrias de su rubro. ASTM brinda a los comités copias de los informes de datos y de cualquier otra información que reciba, todo codificado para mantener la confidencialidad del laboratorio. Los comités reciben los datos junto con otra información relevante sobre los métodos de los laboratorios, lo que, a lo largo de los años, ha llevado a la aclaración y la revisión de varias normas. Los datos sobre las pruebas de competencia son oportunidades para validar el desempeño de los métodos de prueba en condiciones reales (ASTM, 2007).

2.6 TRATAMIENTOS ESTADÍSTICOS

2.6.1 Promedio aritmético(X)

Se define como la suma de las observaciones de una muestra, dividida por el número de observaciones. Es representada por la siguiente ecuación:

$$X = \frac{\sum_{i=1}^N xi}{N} \quad (\text{Ec. 2.4})$$

donde:

xi: valor individual medido

N: número total recopilado

X: media aritmética

2.6.2 Desviación estándar

La desviación muestral se define como la tendencia o variación de las observaciones alrededor de un valor central (Owen, 1995).

La desviación estándar se representa por la siguiente ecuación:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (xi - X)^2}{N - 1}} \quad (\text{Ec. 2.5})$$

2.6.3 Control estadístico de proceso

Se define el control estadístico de procesos como la aplicación de los métodos estadísticos a la medición y análisis de la variación en cualquier proceso.

Una gráfica de control estadístico es una comparación gráfica de los datos de desempeño del proceso con los límites de control estadístico calculados, dibujados como rectas sobre la gráfica. Los datos de desempeño del proceso por lo general consisten en grupos de mediciones que vienen de la secuencia normal de producción y preservan el orden de datos.

El objetivo principal de una gráfica de control es detectar las causas especiales (o atribuibles) de la variación en proceso; para entender el concepto de las gráficas es esencial conocer el significado de las causas especiales.

Las variaciones de proceso se pueden rastrear para dos tipos de causas:

- a. Común (aleatoria o debida al azar), que es inherente al proceso y
- b. Especial (o atribuible), producto de algún factor que causa una variación excesiva.

Para identificar causas comunes no se emplean los métodos estadísticos de proceso, debido a su naturaleza de variables aleatorias. Así pues, para estas causas se realizan ajustes de proceso y acciones correctivas muy sencillas. Sin embargo, es importante identificar las causas especiales para tomar acciones preventivas y correctivas pertinentes. Para detectar causas especiales se utilizan los diagramas de corridas y los diagramas de control estadístico de proceso.

2.6.3.1 Diagramas de corridas

Es un gráfico de control de variables individuales cuyos límites son los de especificación, es decir, el máximo y mínimo que puede alcanzar la variable y se denominan límites superior e inferior de especificación (LSE Y LIE respectivamente). A través de este diagrama se pueden establecer medidas de acción correctiva y preventiva para evitar desviaciones.

2.6.3.2 Diagramas de control estadístico

Es un gráfico estadístico con una línea superior (límite superior de control, LSC) y una línea inferior (límite inferior de control, LIC) determinado estadísticamente y colocado a ambos lados de la línea que representa el promedio de proceso (**Juran y Gryna, 2000**).

2.7 INCERTIDUMBRE DE LAS MEDICIONES SEGÚN LA GUÍA BIPM/ISO

En este enfoque se divide el proceso de estimación de la incertidumbre en bloques o pasos, y finalmente se combinan para encontrar la incertidumbre total en sus partes fundamentales mediante la identificación, estimación y combinación de todas las fuentes de incertidumbre asociadas con el proceso de medida. El procedimiento para cuantificar la incertidumbre total se describe en las siguientes secciones.

2.7.1 Definición del mensurando

Los mensurandos constituyen las magnitudes particulares objeto de una medición. Un mensurando puede ser medido directa e indirectamente.

2.7.1.1 Medición directa

Por ejemplo la medición de la temperatura de un cuerpo con un termómetro.

2.7.1.2 Medición indirecta

A partir de otras magnitudes de entrada que se relacionan con él a través de un modelo matemático o relación funcional. Por ejemplo la medición de la densidad a partir de mediciones de masa y volumen, utilizando el modelo matemático $\text{densidad} = \text{masa} / \text{volumen}$.

2.7.2 Identificación del modelo matemático

Antes de definir el modelo matemático es necesario conocer el modelo físico de la medición el cual consiste en el conjunto de suposiciones sobre el propio mensurando y las variables físicas o químicas relevantes para la medición. El modelo matemático en cambio es una descripción del modelo físico utilizando lenguaje matemático. El modelo matemático se expresa de la siguiente forma:

$$Y = F(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (\text{Ec. 2.6})$$

2.7.3 Determinación de las magnitudes de entrada y el resultado de la medición ó mensurando

El valor estimado de cada magnitud de entrada puede ser el resultado de una serie de observaciones, una simple observación, puede tomarse de un certificado de calibración de un instrumento de medición o del resultado de mediciones que hayan sido realizadas con anterioridad y también pueden utilizarse valores reportados en manuales o tablas.

Por otro lado luego de obtener el valor o los valores de entrada se procede al cálculo de la medición, esto es, el estimado del mensurando Y a partir de la relación funcional (modelo matemático), usando para ello las estimaciones de los argumentos X_i .

En el caso que el modelo matemático sea una medición directa el valor del mensurando está dado por el promedio de la serie de observaciones (ecuación 2.4)

Por otro lado si el modelo depende de otras magnitudes entonces el estimado del mensurando se estima, por medio del promedio de las observaciones independientes repetidas, expresada por la ecuación 2.7.

$$Y = F(\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_N) \quad (\text{Ec. 2.7})$$

2.7.4 Identificación de las fuentes de incertidumbre

El siguiente paso en el proceso de estimación de la incertidumbre es determinar las fuentes de incertidumbre que afectan al modelo físico, al modelo matemático,

a las variables influyentes o a los parámetros de entrada. Entre ellas podemos mencionar:

- a) Definición incompleta del mensurando;
- b) Realización imperfecta de la medición del mensurando;
- c) El muestreo;
- d) Muestreo no representativo, la muestra medida puede no representar el mensurando definido;
- e) Condiciones de almacenamiento;
- f) Condiciones ambientales de la medición;
- g) Efectos instrumentales;
- h) Valores inexactos de patrones de medición y materiales de referencia;
- i) La contaminación cruzada entre muestras y la contaminación desde el ambiente del laboratorio, como resultado de la pobre práctica de trabajo, es un riesgo siempre presente, el cual debe ser minimizado tanto como sea posible;
- j) Pureza de los reactivos;
- k) Efectos del operador;
- l) Efectos de cálculos, tales como:
 - El uso de programa computación introduce errores en el reporte de los resultados, tanto los programas producidos comercialmente como los hechos en la empresa están sujetos a errores.
 - La selección de un modelo de calibración, por ejemplo: el uso de una línea recta o una curva de calibración; conlleva a un aumento de la incertidumbre.
 - El truncamiento y el redondeo pueden conducir a inexactitudes en el resultado final. Como estos son raramente predecibles, una incertidumbre a ellos asociada debe ser considerada.
- m) Variaciones en observaciones repetidas del mensurando bajo condiciones aparentemente iguales.

Por otro lado una forma de organizar y representar las diferentes fuentes de incertidumbre es mediante el diagrama de causa-efecto, creado por el Dr. Kaoru Ishikawa en 1943. La estructura del diagrama se observa en la figura 2.10.

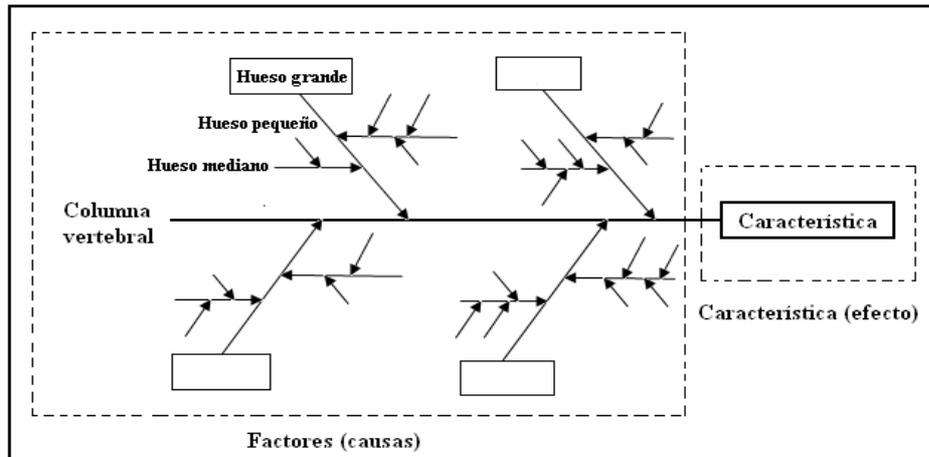


Figura 2.10 Estructura del diagrama de causa-efecto ó espina de pescado (Owen, 1995).

2.7.5 Cuantificación de las fuentes de incertidumbre

Una vez establecido el modelo matemático de la medición, comienza el proceso de estimación de las magnitudes de salida ($y \rightarrow Y$) y de entrada ($x_i \rightarrow X_i$), transformándose el modelo matemático de las magnitudes físicas invariantes, representado por la ecuación 2.6, en el siguiente modelo estadístico:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_l, \dots, x_L) \quad (\text{Ec. 2.8})$$

2.7.6 Evaluación de la incertidumbre estándar

La incertidumbre estándar del resultado de una medición puede agruparse en una de las siguientes categorías:

- Evaluación de incertidumbre estándar tipo A
- Evaluación de incertidumbre estándar tipo B

2.7.6.1 Evaluación Tipo A de la incertidumbre estándar

Una incertidumbre estándar de tipo A puede obtenerse por cualquier método estadístico que ofrezca un estimado válido de la dispersión de los datos. A continuación se presentan diferentes casos en el cual se aplicarán distintos métodos estadísticos:

A. Evaluación de la incertidumbre a partir de n mediciones independientes bajo condiciones de repetibilidad

En la mayoría de las mediciones, el mejor estimado bajo condiciones de repetibilidad, es la media aritmética o promedio \bar{x} dado por la ecuación 2.4.

La desviación estándar experimental del promedio es la estadística utilizada para la cuantificación de la incertidumbre estándar de la medición, expresada por la ecuación 2.9.

$$u(X) = S(\bar{X}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n(n-1)}} \quad (\text{Ec. 2.9})$$

Cuando el número de mediciones X_i es menor a 10 la ecuación anterior no será un buen estimador para cuantificar la incertidumbre estándar, por lo tanto a la expresión 2.9 se introduce un factor de corrección (tabla 2.2) para un nivel de confianza de 95% basado en la distribución de Student. Por tanto la desviación estándar, resulta:

$$u(X) = S(\bar{X}) = f \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n(n-1)}} \quad (\text{Ec. 2.10})$$

Tabla 2.2 Factores de corrección a un nivel de confianza de 95%.

Nº mediciones	Factor
2	6,5
3	2,2
4	1,6
5	1,4
6	1,3
7	1,3
8	1,2
9	1,2

C. Ajuste por el método de los mínimos cuadrados de una curva $Y = f(X)$ a partir de datos experimentales.

La varianza y la incertidumbre estándar de los parámetros que caracterizan la curva y de cualquier punto predicho, se calculan también mediante los procedimientos estadísticos asociados a las técnicas de regresión, perfectamente establecidos en la literatura estadística. Por otro lado existen otras formas de estimar los errores debido al ajustes de curvas y es empleando la opción análisis de datos en el formato Excel seleccionando el ítem regresión.

2.7.7 Evaluación tipo B de la incertidumbre estándar

Para un estimado x de una magnitud X que no se obtuvo a partir del procesamiento de series de mediciones repetidas, la estimación de la incertidumbre estándar $u(x)$ se evalúa a partir del juicio científico basado en la posible variabilidad de X .

A continuación se analizan diferentes formas posibles para obtener un estimado de una incertidumbre estándar de tipo B a partir de la información disponible:

A. Primer caso: cuando la incertidumbre del estimado x se da como un múltiplo k de la desviación estándar, se expresa por:

$$U_p = k \cdot u(x) \rightarrow u(x) = \frac{U_p}{k} \quad (\text{Ec. 2.11})$$

donde:

$u(x)$: incertidumbre estándar tipo B

U_p : incertidumbre expandida para una probabilidad de cobertura igual a P

k : factor de cobertura. Su valor generalmente se encuentra entre 2 y 3

B. Segundo caso: si la única información que se posee es que la probabilidad de que la magnitud de entrada X esté en el rango desde a_- (límite inferior) hasta a_+ (límite superior) es del $100.P$, entonces se asume que:

El mejor estimador de X es el punto medio del rango:

$$\bar{X} = \frac{a_+ - a_-}{2} \quad (\text{Ec. 2.12})$$

La distribución de los posibles valores de X es normal, de manera que su incertidumbre estándar se calcula según la siguiente ecuación:

$$u(x) = \frac{U_P}{z} = \frac{a}{z} \quad (\text{Ec. 2.13})$$

donde:

a : semiancho del rango donde se espera que se encuentre el valor verdadero de X

C. Tercer caso: En otros casos solamente es posible estimar las fronteras (los límites inferior y superior) de X para plantear que “la probabilidad de que el valor de X esté dentro del rango desde a_- hasta a_+ para todos los propósitos prácticos es igual a uno y de que esté afuera de este rango es esencialmente cero”.

Si no hay un conocimiento específico acerca de los posibles valores de X dentro del rango, se asume que es igualmente probable para X estar en cualquier punto del rango: estamos en presencia de una distribución rectangular o uniforme de los posibles valores de X . De acuerdo a lo anterior la incertidumbre estándar para límites simétricos de X es:

$$u(x) = \sigma(x) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (\text{Ec. 2.14})$$

D. Cuarto caso: si los límites superior e inferior de la magnitud de entrada no son simétricos con respecto a su mejor estimador X_n .

Como el valor X_n no está en el centro del rango, la distribución de probabilidades de X no tiene que ser uniforme, sin embargo, si no hay suficiente información disponible que permita seleccionar una distribución adecuada, una simple aproximación es considerar que X_n sigue una distribución rectangular con ancho $(b_+ - b_-)$ e incertidumbre estándar:

$$u(x) = \frac{a_+ - a_-}{\sqrt{12}} \quad (\text{Ec. 2.15})$$

Un ejemplo de este caso es la resolución del instrumento de medición. Si la resolución del dispositivo indicador es δ_x el valor del estímulo que produce una indicación X dada, puede localizarse con igual probabilidad en cualquier lugar del intervalo $a \pm X + \frac{\delta_x}{2}$. Entonces la magnitud X es descrita mediante una ley de distribución rectangular lo cual la componente de incertidumbre será:

$$u_i(x) = \frac{(\delta_x / 2)}{\sqrt{3}} = \frac{\delta_x}{\sqrt{12}} \quad (\text{Ec. 2.16})$$

D. Quinto caso: Cuando no hay un conocimiento específico acerca de los posibles valores de X dentro de sus límites estimados a_+ y a_- , se asume que los valores de X siguen una distribución uniforme, tal como se planteó en el cuarto y quinto caso. Sin embargo, la discontinuidad de la función paso en una distribución de probabilidad es irreal, no representa fenómeno físico alguno: es más realista esperar que los valores cercanos a las fronteras sean menores que aquellos cercanos al punto medio, por lo tanto, en ocasiones es razonable remplazar la distribución uniforme por la triangular simétrica. Por tanto la incertidumbre estándar queda expresada como:

$$u(x) = \sigma(x) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (\text{Ec. 2.17})$$

2.7.8 Incertidumbre del resultado de la medición

De acuerdo a lo tratado anteriormente, no existe una diferencia fundamental entre las componentes de incertidumbre tipo A y tipo B. Por tanto, la incertidumbre del resultado de la medición debe ser obtenida a partir de las diferentes componentes de incertidumbre evaluadas, mediante algún procedimiento para combinar las mismas y obtener un valor final que represente la incertidumbre estándar del resultado de la medición.

Todas las contribuciones de incertidumbre tienen que ser expresadas como incertidumbres estándar, es decir, como desviaciones estándar, antes la combinación. Esto puede envolver la conversión de alguna otra medida de dispersión.

2.7.8.1 Incertidumbre estándar combinada

La incertidumbre estándar combinada del resultado de la medición, designada por $u_c(y)$, se determina mediante la varianza del valor estimado de Y a partir de la ley de suma de varianzas, denominada en este caso ley de propagación de incertidumbre.

A. Caso 1

Si los argumentos X_i no están correlacionados, resulta:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i) \quad (\text{Ec. 2.18})$$

donde:

N: representan la cantidad de magnitudes de entrada,

$\frac{\partial f}{\partial x_i}$: coeficiente de sensibilidad;

$u(x_i)$: incertidumbre estándar evaluada como componente de tipo A o de tipo B.

Si los coeficientes de sensibilidad son iguales a 1 entonces la ecuación 2.18 se expresa como la aditividad de las componentes de las incertidumbres tipo A y/o tipo B dado por la siguiente ecuación:

$$u_C^2(y) = \sum_{i=1}^N u^2(x_i) \quad (\text{Ec. 2.19})$$

B. Caso 2

Cuando existe correlación entre las magnitudes de entrada hay que tener en cuenta la covarianza entre las magnitudes correlacionadas y la incertidumbre combinada estaría dada por:

$$u_C^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \left(\frac{\partial f}{\partial x_j} \right) u(x_i, x_j) \quad (\text{Ec. 2.20})$$

Donde $u(x_i, x_j)$ es la covarianza estimada asociada con x_i y x_j .

C. Caso 3

En el caso que la correlación entre las variables se puede asumir como lineal con coeficiente de correlación igual a 1, $u(x_i, x_j) = u(x_i)u(x_j)$ y la incertidumbre combinada es igual a:

$$u_C^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad (\text{Ec. 2.21})$$

D. Caso 4

En el caso que la función $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$ tenga la forma de una expresión que contiene sólo productos, potencias y cocientes de las variables x_i :

Es práctico trabajar con la incertidumbre estándar combinada relativa, entonces la expresión 2.21 se transforma en:

$$\left(\frac{u_c(y)}{y}\right)^2 = \sum_{i=1}^N \left(p_i \cdot \frac{u(x_i)}{x_i}\right)^2 \quad (\text{Ec. 2.22})$$

2.7.8.2 Incertidumbre expandida

Frecuentemente el resultado de una medición tiene que ser comparado con algunos valores límites definidos en una especificación o documento normativo.

Esto es así, por ejemplo, en las calibraciones y verificaciones de instrumentos de medición. En este caso, el conocimiento de la incertidumbre de medición ayuda a decidir si el resultado obtenido está bien incluido dentro de los límites aceptados o sólo justamente en los mismos. Si el resultado está próximo a uno de los límites hay un gran riesgo de que el valor del mensurando no caiga dentro de los márgenes requeridos cuando la banda de posibles valores del mismo indicada por la incertidumbre de la medición es tomada en cuenta en su totalidad.

La medida adicional que cumple con el requisito de definir un intervalo del tipo indicado, es llamada incertidumbre expandida y se denota por U . La incertidumbre expandida se obtiene al multiplicar la incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$ por un factor de cobertura k :

$$U = k \cdot u_c(y) \quad (\text{Ec. 2.23})$$

El valor de k en general, está en el rango de 2 a 3. En el caso en que la ley de distribución de probabilidades de la variable Y sea la ley normal, entonces si $k=2$ la probabilidad de que el intervalo contenga el valor del mensurando es de aproximadamente 95% y si $k=3$, esta probabilidad es del 99,73%. En los laboratorios de calibración y ensayo, así como en las mediciones industriales y comerciales, el factor de cobertura k se toma igual a 2.

2.7.9 Expresión del resultado de la medición

El resultado de la medición se expresará entonces como:

$$Y = y \pm U \quad (\text{Ec. 2.24})$$

Esto se interpreta como que el mejor valor atribuible al mensurando es y , y que el intervalo de $y - U$ a $y + U$ es de esperar que incluya una fracción grande de la distribución de valores que razonablemente pueden ser atribuidos al mensurando. La expresión final de la incertidumbre debe reportarse con 2 cifras significativas, y el valor del estimado del mensurando debe redondearse de forma que no contenga cifras posteriores a la posición decimal de la última cifra significativa reportada en la incertidumbre asignada al mismo (**Wolfgang y Martínez, 2000**).

CAPÍTULO 3

DESARROLLO DEL TRABAJO

La estimación de las incertidumbres en las fases de molienda de crudo y molienda de cemento constituye para la empresa CEMEX Venezuela, SACA, un elemento clave para la determinación de la confiabilidad de las mediciones y del control de proceso de estas etapas de operación. A tales efectos se seleccionaron dichas fases del proceso de fabricación del cemento, como un complemento de los mecanismos que utiliza la empresa para la certificación de la calidad, en la mejora de sus métodos de medición y de los sistemas de gestión actualmente basados en la norma ISO 9001.

En las siguientes secciones, se presenta el desarrollo de este trabajo de investigación, donde se explican paso a paso las metodologías y técnicas aplicadas para el cumplimiento de los objetivos propuestos.

3.1 ANÁLISIS DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN Y CONTROL DEL MOLINO DE CRUDO N° 10 Y MOLINO DE CEMENTO N°11

Para la realización de esta etapa del proyecto se llevó a cabo la siguiente metodología de trabajo:

3.1.1 Selección de las variables fisicoquímicas de control y operativas del molino de crudo N°10 y molino de cemento N°11

En la molienda de crudo y molienda de cemento, se llevan a cabo monitoreos diarios a las variables de control fisicoquímico y de operación. Con estos seguimientos se aseguran que las producciones de harina cruda y de cemento se encuentran dentro de los parámetros establecidos en la planta.

En las siguientes secciones se muestran las principales variables de control fisicoquímico y de operación que se emplearon en la investigación.

3.1.1.1 Selección de las variables fisicoquímicas de control

La selección de las variables fisicoquímicas, se realizó en función de los parámetros empleados en los laboratorios; para el control del proceso de harina cruda y cemento en Planta Pertigalete. Las tablas 3.1 y 3.2 reproducen o muestran estas variables y el sistema que aplican.

Tabla 3.1 Parámetros químicos de control de proceso.

Parámetros de control	Molino de crudo N°10	Molino de cemento N°11
Químicos		
Harina cruda		
Saturación de cal (SAT)	X	
Módulo silícico (MS)	X	
Aluminato tricálcico (C ₃ A)	X	
Cemento		
Sulfatos (%SO ₃)		X

Tabla 3.2 Parámetros físicos de control de proceso.

Parámetros de control	Molino de crudo N°10	Molino de cemento N°11
Físicos		
Harina cruda		
Retenidos tamiz 200 (74 μm)	X	
Cemento		
Retenido tamiz 325 (45 μm)		X
Superficie específica, cm ² /g (permeabilidad Blaine)		X

3.1.1.2 Selección de los parámetros de operación

En este caso se seleccionaron las variables de operación (tabla 3.3) que tuvieron mayor influencia en la variabilidad de los parámetros de control de proceso especificados en la tabla 3.1 y 3.2 respectivamente.

Tabla 3.3 Parámetros de operación de la molienda de crudo y cemento.

Variables de operación	Molino de crudo N°10	Molino de cemento N°11
Dosificación materias primas (ton/h)	X	
Alimentación total (ton/h)		X

**Tabla 3.3 Parámetros de operación de la molienda de crudo y cemento
(Continuación).**

Variables de operación	Molino de crudo N°10	Molino de cemento N°11
Flujo de yeso (ton/h)		X
Flujo de polvillo (ton/h)		X
Velocidad del separador (rpm)		X
Tiro del ventilador (Celosía)		X

3.1.2 Recopilación de datos

La recopilación de datos fue llevada a cabo en primer lugar para las variables de control (tabla 3.1 y 3.2), a través de las hojas de cálculo del laboratorio de producción y de calidad; y para las variables de operación por medio del sistema de información PI empleado en planta Pertigalete.

3.1.3 Tiempo de recolección

Los datos fueron tomados cada dos horas por día siguiendo el patrón de muestreo en el control de proceso, y el lapso de tiempo fue de un mes, despreciando aquellos valores donde hubo eventualidades en las moliendas los cuales pudieron distorsionar los resultados, como son: paradas, arranques de los molinos entre otros.

3.1.4 Organización de los datos

Los datos de control y de operación fueron organizados a través de cuatro períodos, y cada día fue subdividido a su vez en renglones; es decir, que a cada dato se le asignó una letra del abecedario. En la tabla 3.4 se presentan los valores de las variables fisicoquímicas de control del molino de crudo para el período I. Los demás períodos tanto para el control como la operación del molino de crudo y de cemento se encuentran reportados en los apéndices B.1 a B.15.

Tabla 3.4 Variables fisicoquímicas de control de proceso en el molino de crudo 10 para el período I.

Fecha	Renglón	Saturación de cal (%)	Módulo silícico (%)	Aluminato tricálcico (%)	Retenido tamiz 200 (74µm)
01-01-10	1-A	96,59	2,25	8,57	19,20
	1-B	91,65	2,27	9,03	19,82
	1-C	107,85	2,24	8,13	-
	1-D	100,13	2,32	8,40	19,60
	1-E	97,90	2,36	8,37	-
	1-F	95,36	2,37	8,76	-
	1-G	98,31	2,37	8,56	19,76
	1-H	99,36	2,33	8,91	-
	1-I	93,63	2,37	8,95	-
02-01-10	2-A	99,17	2,29	8,65	20,20
	2-B	91,91	2,26	10,61	-
04-01-10	4-A	95,40	2,79	10,73	-
	4-B	97,33	2,54	9,05	-
	4-C	94,79	2,39	7,97	-
	4-D	96,49	2,34	7,55	-
	4-E	100,03	2,38	6,97	-
	4-F	98,47	2,36	7,31	20,24
	4-G	99,10	2,30	7,44	-
	4-H	95,80	2,30	7,80	-
05-01-10	5-A	96,57	2,32	7,71	-
	5-B	96,19	2,34	7,77	19,80
	5-C	95,01	2,41	8,30	-
	5-D	93,46	2,46	8,45	-
	5-E	103,13	2,49	7,66	-
	5-F	95,67	2,45	8,66	-
	5-G	97,08	2,44	8,23	-
	5-H	97,90	2,43	7,95	-
	5-I	98,04	2,49	7,44	-
	5-J	94,45	2,43	8,18	19,40
	5-K	97,52	2,46	7,35	-
5-L	98,32	2,41	7,88	-	
06-01-10	6-A	98,78	2,36	8,27	-
	6-B	105,91	2,47	8,41	19,80
	6-C	94,90	2,83	9,78	-
	6-D	98,16	2,59	8,64	-
	6-E	96,48	2,52	7,89	19,40

3.1.5 Tratamiento estadístico

Los datos se agruparon por día tomando en consideración el tratamiento estadístico pertinente tal como promedios, desviación estándar, valores máximos y mínimos, límites de especificación superior (LSE) e inferior (LIE) para cada una de las variables estudiadas. Los límites de especificación de los parámetros fisicoquímicos, se tomaron del documento de especificación interna (P-GAC-E-01) y otros aportados por la gerencia de aseguramiento de la calidad, cuyos valores se encuentran reportados en la tabla 3.5.

Tabla 3.5 Límites de especificación de los parámetros fisicoquímicos de harina cruda y cemento.

Parámetros fisicoquímicos	LIE	LSE
Harina Cruda		
Químicos		
Saturación de cal (%)	95	98
Módulo silícico (%)	2,30	2,50
Aluminato tricálcico (%)	9	12
Físicos		
Retenido tamiz 200 (74µm)	17	19
Cemento		
Químicos		
Sulfatos (%)	2,80	3,20
Físicos		
Retenido tamiz 325 (45 µm)	9	11
Superficie específica, Blaine	>3500	

- **Muestra de cálculo**

El promedio diario de la saturación de cal se calculó empleando la ecuación 2.4 con los valores de la tabla 3.4, para el primero de enero se tiene:

$$\overline{SAT} = \frac{96,59 + 91,65 + 107,85 + 100,13 + 97,90 + 95,36 + 98,31 + 99,36 + 93,63}{9} = 97,86$$

Por su parte la desviación estándar de la saturación de cal fue estimada empleando la ecuación 2.5 con los valores de la tabla 3.4 y el promedio anterior, se tiene:

$$\sigma_{SAT} = \sqrt{\frac{(96,59 - 97,86)^2 + (91,65 - 97,86)^2 + (107,85 - 97,86)^2 + (100,13 - 97,86)^2 + (97,90 - 97,86)^2 + (95,36 - 97,86)^2 + (98,31 - 97,86)^2 + (99,36 - 97,86)^2 + (93,63 - 97,86)^2}{9 - 1}} = 4,63$$

Los procedimientos anteriores se realizaron para los demás días y todas las variables fisicoquímicas de control y de operación, las cuales se encuentran reportados en las tablas 4.1-4.5 y en los apéndices C.1-C.9.

3.1.6 Control estadístico de proceso

El control estadístico de proceso se incluyó en la presente metodología con el fin de estudiar las tendencias de cada variable fisicoquímica y de operación (tabla 3.1, 3.2 y 3.3), y detectar las causas especiales que influyeron en la calidad de la harina cruda y cemento. Para detectar las causas especiales se emplearon los diagramas de corridas de variables individuales, señalando en cada caso los límites superior e inferior de especificación. En la construcción de estos gráficos se utilizó como herramienta una hoja de cálculo (MS. Excel), mediante la opción gráficos. Tomando como ejemplo el período I de la saturación de cal (tabla 3.4), se mostró el modo en que fue dispuesta dicha variable con sus respectivos límites de especificación en el gráfico de corrida (figura 3.1).

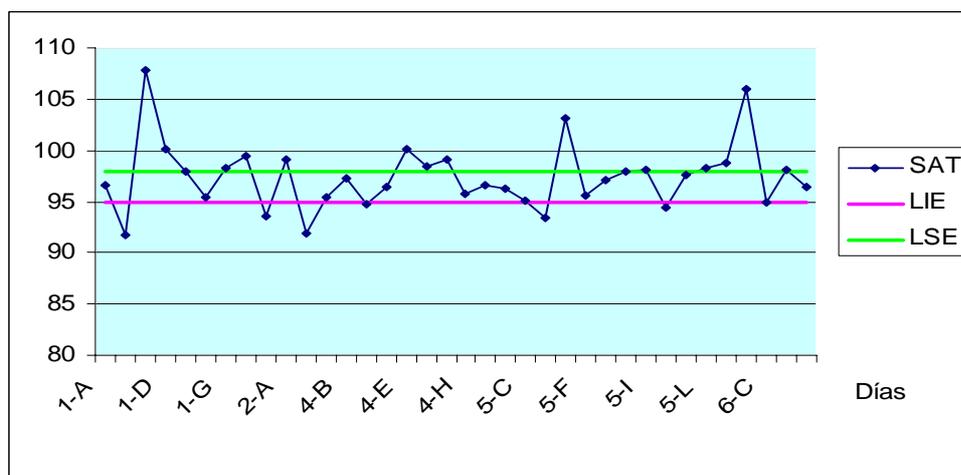


Figura 3.1 Diagrama de corrida de la saturación de cal (SAT) para el período I.

El procedimiento anterior se realizó para todas las demás variables fisicoquímicas y de operación, cuyos diagramas se encuentran representados gráficamente en las figuras 4.1-4.8 y en los apéndices C.1-C.32.

3.2 COMPARACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LAS MEDICIONES FISICOQUÍMICAS DE LA PLANTA PERTIGALETE CON OTRAS INSTITUCIONES

Desde hace algunos años la planta de Pertigalete participa en dos programas de interlaboratorios, que les ha permitido medir el desempeño de las diferentes pruebas fisicoquímicas e implementar según los resultados, las mejoras necesarias en los laboratorios y los métodos de medición. Estos programas son organizados a través de la ASTM (laboratorio de referencia para cemento y concreto, CCRL, por su siglas en inglés) y el otro bajo la responsabilidad de Cementos de Venezuela-Laboratorio Central (programa de verificación analítica a nivel nacional y antes de la nacionalización tenía alcances en Suramérica y el Caribe). En las secciones 3.2.1 y 3.2.2 se describieron cada una de las pruebas de interlaboratorios, empleadas en el presente trabajo.

3.2.1 Pruebas de interlaboratorios organizado por la ASTM

El programa organizado por la ASTM (CCRL), esta destinado a cada laboratorio participante como instrumento para identificar los problemas potenciales, en los métodos o equipos de ensayos e iniciar acciones correctivas.

Este organismo envía dos muestras dos veces al año, a cada participante para que sea ensayada, siguiendo estrictos controles de almacenamiento, transporte y envío. Luego un miembro asignado por el laboratorio remite los resultados (vía Internet) al organismo (ASTM), para que realicen los tratamientos estadísticos respectivos. Una vez concluida la evaluación estadística un integrante del comité envía un informe, que consta de un resumen estadístico de los resultados y un conjunto de diagramas de dispersión. Este último no fue necesario en la

comparación por no aportar información específica de las demás instituciones participantes.

Haciendo uso de los resultados de las pruebas se propuso la siguiente metodología para establecer comparaciones entre la planta Pertigalete con otras instituciones.

3.2.1.1 Selección de los ensayos fisicoquímicos

Los ensayos fisicoquímicos (tabla 3.6), se seleccionaron en función de las variables de control en la producción de crudo y cemento (sección 3.1.1.1). Cabe destacar que las variables de control químico (módulo silíceo, saturación de cal y aluminato tricálcico) en la molienda de crudo (tabla 3.1), no representan ensayos directos sino la combinación de los distintos compuestos químicos principales (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO y MgO); por esta razón estas mediciones estuvieron incluidas en el estudio.

Tabla 3.6 Ensayos fisicoquímicos a emplear en las comparaciones interlaboratorios.

Sistema	Ensayos	
	Químicos	Físicos
Molienda de crudo	Dióxido de silicio ($\%\text{SiO}_2$)	-
	Oxido de aluminio ($\%\text{Al}_2\text{O}_3$)	-
	Oxido de hierro ($\%\text{Fe}_2\text{O}_3$)	-
	Oxido de calcio ($\%\text{CaO}$)	-
	Oxido de magnesio ($\%\text{MgO}$)	-
Molienda de cemento	Trióxido de sulfuro ($\%\text{SO}_3$)	Retenido tamiz 325 (45 μm)
	-	Área superficial (cm^2/g)

3.2.1.2 Recolección de datos

Los datos se recopilaron en los informes suministrados por el laboratorio de referencia para cemento y concreto (CCRL), período 2007-2010, para cada uno de los ensayos de la tabla 3.6. Dichos informes aportaron información estadística (desviación estándar), para cada una de las muestras ensayadas en Pertigalete y el valor real, validado matemáticamente por los resultados de los laboratorios

participantes. En la tabla 3.7 se reproducen los valores del dióxido de silicio período 2007-2010.

Tabla 3.7 Valores de dióxido de silicio período 2007-2010 para la prueba CCRL.

Especificación	Año / Mes						
	2007		2008		2009		2010
	04	09	03	10	03	09	03
Muestra 1							
Prueba 1	20,59	20,58	19,30	22,04	21,16	20,03	17,70
Desviación 1	0,32	0,38	0,30	0,40	0,40	0,58	0,43
Valor real 1	20,59	20,63	19,29	22,07	21,19	20,01	17,68
Desviación máxima 1	0,24	0,22	0,22	0,30	0,22	0,23	0,33
Muestra 2							
Prueba 2	20,22	19,05	19,91	21,69	19,30	20,75	19,00
Desviación 2	0,32	0,37	0,33	0,34	0,46	0,69	0,91
Valor real 2	20,20	19,04	19,91	21,71	19,30	20,75	19,05
Desviación máxima 2	0,20	0,25	0,18	0,28	0,26	0,21	0,22

Los datos para los demás ensayos de la tabla 3.6 se encuentran reportados en los apéndices B.21 al B.27.

3.2.1.3 Estimación del puntaje de la medición

Para estimar el puntaje de la medición se empleó la escala de clasificación establecida por el CCRL, la cual está comprendida entre 1 y 5, según el número de desviaciones que presenta la medición individual con respecto al valor real establecido. La tabla 3.8 muestra el criterio para la estimación del puntaje de la medición.

Tabla 3.8 Criterio para la estimación del puntaje de la medición.

Escala de clasificación	Rango
5	Menos de 1 desviación estándar
4	1,0-1,5
3	1,5- 2,0
2	2,0 - 2,5
1	Mas de 2,5 de la desviación estándar

Con los valores de la tabla 3.7 se procedió a la determinación del puntaje de la medición del dióxido de silicio, 04-2007, donde se obtuvo que el rango entre la desviación 1 y la desviación del valor esperado 1 no supera a una desviación estándar, por lo tanto le corresponde una puntuación de 5 según el criterio de la tabla 3.8. Del mismo modo se realizó el procedimiento anterior para el resto de los valores de la tabla 3.7 (tabla 3.9) y las demás mediciones de la tabla 3.6, cuyas puntuaciones se encuentran representadas gráficamente en las figuras 4.12 y 4.14

Tabla 3.9 Puntuaciones del dióxido de silicio período 2007-2010 para la prueba CCRL.

Especificación	Período / Mes						
	2007		2008		2009		2010
	04	09	03	10	03	09	03
Muestra 1	5	5	5	5	5	4	5
Muestra 2	5	5	5	5	5	3	1

3.2.1.4 Cálculo de la confiabilidad analítica de los resultados

La siguiente estimación fue aportada por el departamento de aseguramiento de la calidad, cuya expresión está dada por:

$$\%C_A = \frac{\sum P_m}{\sum P_E} \times 100 \quad (\text{Ec 3.1})$$

donde:

$\%C_A$: confiabilidad analítica de los resultados;

$\sum P_m$: sumatoria de la puntuación medida;

$\sum P_E$: sumatoria de la puntuación esperada.

Sustituyendo los valores de la tabla 3.9 en la ecuación 3.1 para 14 puntuaciones, con un valor esperado 70, se obtiene un valor de 90% de confiabilidad analítica para la medición de dióxido de silicio.

Del mismo modo se empleó el cálculo anterior para determinar la confiabilidad analítica de las mediciones (tabla 3.6) y se encuentran representadas gráficamente en las figuras 4.13 y 4.15.

3.2.2 Pruebas de interlaboratorios organizados por Cementos de Venezuela

La empresa Cementos de Venezuela a través del laboratorio Central, presentó en sus reportes de verificación analítica, los valores referentes a las puntuaciones de cada ítem ensayado. Los ensayos fueron seleccionados en función de las variables de control en la producción de crudo y cemento (tabla 3.6), y el período a considerar fue el 2007-2010 a excepción del año 2009 puesto que durante este periodo se interrumpió el programa.

Las puntuaciones y el cálculo de la confiabilidad analítica para las mediciones de los compuestos químicos en el crudo (%SiO₂, %Al₂O₃, %Fe₂O₃, %CaO y MgO), son una estimación puesto que dichas pruebas fueron realizadas con muestras de clinker, y a través de métodos directos tal como los ensayos de complexometría.

La tabla 3.10 reproduce las puntuaciones del dióxido de silicio (%SiO₂) para la prueba de verificación analítica.

Tabla 3.10 Puntuaciones del dióxido de silicio período 2007-2010 para la prueba de verificación analítica.

Compuesto	Año/ Mes				
	2007		2008	2010	
%SiO ₂	02-03	11-12	02-03	02-03	10
Puntuación	5	3	5	5	5

Los datos para los demás ensayos de la tabla 3.6 se encuentran representados gráficamente en la figura 4.16.

Luego de reportar las puntuaciones en la medición de dióxido de silicio, se estimó su confiabilidad analítica, empleando para ello la ecuación 3.1 y sustituyendo en la misma los valores de la tabla 3.10, obteniéndose un nivel de 92% para el período 2007-2010. La confiabilidad analítica para las demás mediciones de la tabla 3.6 se encuentra representada gráficamente en la figura 4.17.

3.3 MODELOS PARA EL CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE DE LAS MEDICIONES FISICOQUÍMICAS

Para el establecimiento de los modelos para el cálculo de la incertidumbre se utilizó el procedimiento descrito en la figura 3.2.

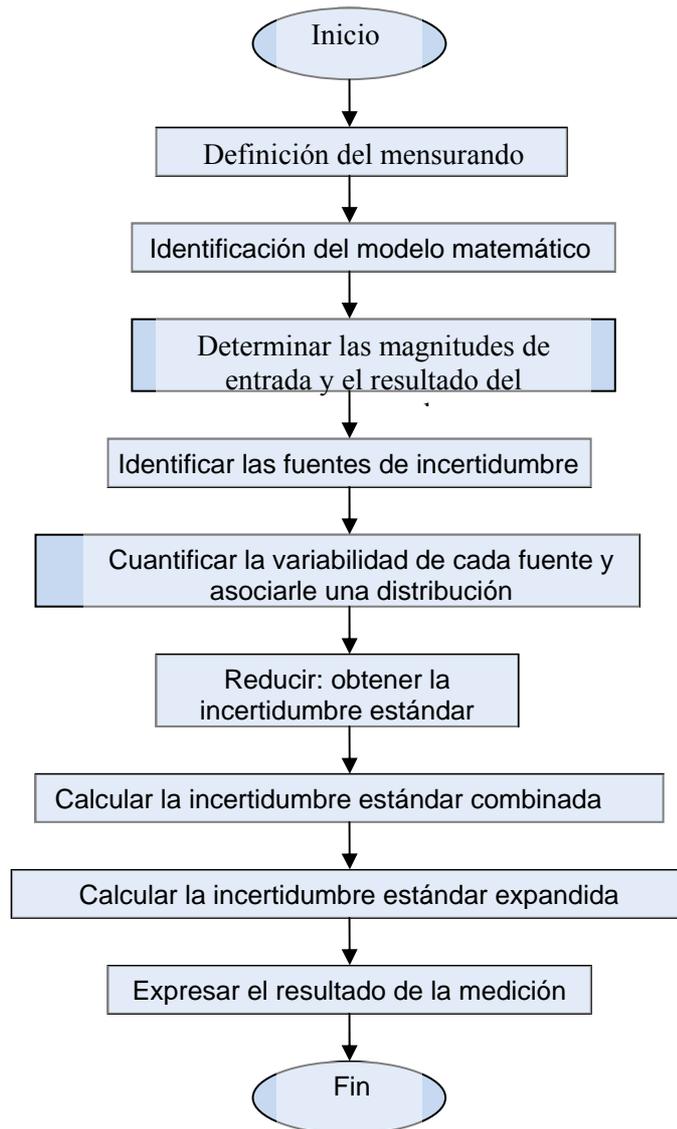


Figura 3.2 Procedimiento para el desarrollo de los modelos de las incertidumbres de las mediciones.

El procedimiento de la figura 3.2 fue aplicado a los ensayos fisicoquímicos estudiados en la sección 3.2 (tabla 3.6), cuyos métodos de medición se presentan en la tabla 3.11.

Tabla 3.11 Métodos de medición en los ensayos fisicoquímicos.

Sistema	Ensayo	Método
Molienda de crudo	Dióxido de silicio (%SiO ₂)	Análisis químico por fluorescencia de rayos X
	Oxido de aluminio (%Al ₂ O ₃)	
	Oxido de hierro (%Fe ₂ O ₃)	
	Oxido de calcio (%CaO)	
	Oxido de magnesio (%MgO)	
Molienda de cemento	Trióxido de azufre (%SO ₃)	Turbidimetría
	Fineza del cemento	Retenido tamiz 325 (45 μm)
	Área superficial del cemento (m ² /Kg)	Permeabilidad Blaine

En la sección 3.3.1 se desarrolló el modelo para la estimación de la incertidumbre de la medición del análisis químico por fluorescencia de rayos X, empleando el procedimiento de la figura 3.2.

3.3.1 Modelo para la estimación de la incertidumbre del análisis químico por fluorescencia de rayos X

El modelo está basado en el procedimiento de la figura 3.2 y la aplicación de expresiones matemáticas que identifican las fuentes de incertidumbre, que se cuantifican como incertidumbre estándar y a partir de ellas se estiman las incertidumbres combinada y expandida. A continuación se desarrolló cada uno de los pasos para obtener el modelo de la incertidumbre en análisis químico por fluorescencia de rayos X.

3.3.1.1 Definición del mensurando

En la medición análisis químico, el mensurando son todos aquellos compuestos objeto de estudio (%SiO₂, %Al₂O₃, %Fe₂O₃, %CaO y %MgO).

3.3.1.2 Identificación del modelo matemático del mensurando

El modelo matemático correspondiente al mensurando es aquel que aporta la lectura del elemento en el equipo de rayos X, resultando la ecuación 3.2.

$$\%ERX = lecturaERX \quad (\text{Ec. 3.2})$$

donde:

$\%ERX$: elemento de interés ($\%SiO_2$, $\%Al_2O_3$, $\%Fe_2O_3$, $\%CaO$ y $\%MgO$);

LecturaERX: lectura directa del elemento de interés.

3.3.1.3 Estimación del mensurando

El modelo matemático representa una medición directa, por lo tanto el mensurando se estimó a partir de la media aritmética (sección 2.7.3) del elemento a evaluar. En la ecuación 3.3 se expresa la media aritmética para la sustancia de interés.

$$\overline{\%ERX} = \frac{\sum lecturaERX}{n} \quad (\text{Ec. 3.3})$$

3.3.1.4 Identificación de las fuentes de incertidumbre

Por tratarse de un método de medición directa se propuso fuentes de incertidumbre significativa, propias del equipo de rayos X.

Se empleó para la identificación el diagrama causa-efecto (figura 2.10), tal como se muestra en la figura 3.3.

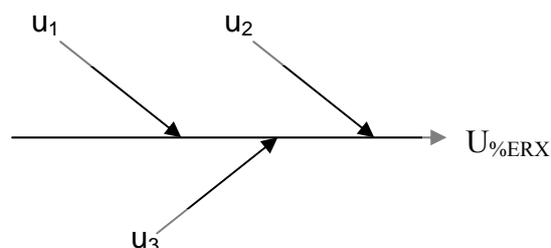


Figura 3.3 Diagrama causa-efecto de la incertidumbre de la medición.

donde:

$U_{\%ERX}$: estimación de la incertidumbre total de la medición para un compuesto en particular;

u_1 : incertidumbre estándar tipo A de la repetibilidad del ensayo.

u_2 : incertidumbre estándar tipo B derivada de la curva de calibración del equipo de rayos X.

u_3 : incertidumbre estándar tipo B del redondeo de la medición.

3.3.1.5 Evaluación de las fuentes de incertidumbre

A. Incertidumbre tipo A de la repetibilidad del ensayo (u_1)

La incertidumbre estándar del límite de repetibilidad se obtuvo mediante un trabajo de réplicas; en el cual se aplicó la ecuación 2.10 (sección 2.7.6.1), ajustándola al modelo en cuestión, se tiene.

$$u_{1(\%ERX)} = S_{(\%ERX)} = f \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\%ERX - \overline{\%ERX})^2}{n(n-1)}} \quad (\text{Ec. 3.4})$$

donde:

u_1 : incertidumbre estándar tipo A;

n : número de mediciones;

f : factor de corrección para mediciones menores de 10, para un nivel de confianza de 95% basado en la distribución de Student, (tabla 2.2).

B. Incertidumbre estándar derivada de la calibración del equipo de rayos X (u_2)

Estudios anteriores demostraron que el mejor estimado de esta incertidumbre, es la lectura del error estándar que aporta la curva de calibración del elemento a tratar. El cálculo de esta variable aleatoria es desconocido, ya que es propia del Software del equipo y por tanto se tomó directamente de las curvas de calibración, reportada en el apéndice de la figura B.1.

$$u_2 = S_{CC}$$

donde:

u_2 = incertidumbre estándar derivada de la calibración del equipo de rayos X;

S_{CC} = error estándar de la curva de calibración del equipo rayos X.

C. Incertidumbre del redondeo de la medición (u_3)

Para esta incertidumbre se asumió una distribución rectangular uniforme (sección 2.7.7.1, tercer caso), expresada por la ecuación 3.5.

$$u_3 = \frac{e_R}{\sqrt{3}} \quad (\text{Ec. 3.5})$$

donde:

u_3 : incertidumbre del redondeo de la medición;

e_R : error redondeo de la medición.

3.3.1.6 Incertidumbre estándar combinada

Como se trata de un método con magnitudes propias del equipo de medición, la expresión de la incertidumbre estándar combinada, está dada por la ecuación 2.18 (sección 2.7.7, caso 1). Ajustando la ecuación 2.18 al modelo, resulta.

$$u_C = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial \text{lectura}_{ERX}} \right)^2 \cdot u^2(\text{lectura}_{ERX})} \quad (\text{Ec. 3.6})$$

donde:

u_C : incertidumbre combinada de la medición;

$\left(\frac{\partial f}{\partial \text{lectura}_{ERX}} \right)$: coeficiente de sensibilidad.

$u(\text{lectura}_{ERX})$: incertidumbre estándar de cada fuente de incertidumbre.

El coeficiente de sensibilidad se asume igual a 1, puesto que ella se estima a partir de la derivada parcial del modelo matemático, por tanto la expresión anterior se transforma en la siguiente ecuación.

$$u_c = \sqrt{(u_1)^2 + (u_2)^2 + (u_3)^2} \quad (\text{Ec. 3.7})$$

Sustituyendo las expresiones u_1 , u_2 , u_3 en la ecuación 3.7, resulta.

$$u_c = \sqrt{\left[f \cdot \left(\frac{\sum_{i=1}^n (\%ERX - \%ERX)^2}{n(n-1)} \right)^{\frac{1}{2}} \right]^2 + (S_{cc})^2 + \left(\frac{e_R}{\sqrt{3}} \right)^2} \quad (\text{Ec. 3.8})$$

La expresión 3.8 representa el modelo de la incertidumbre combinada estándar al 68% de probabilidad.

3.3.1.7 Incertidumbre expandida

A partir de la incertidumbre combinada u_c y la ecuación 2.23, se obtuvo la incertidumbre expandida, con un nivel de confianza de 95% y factor de cobertura (K) igual a 2. De acuerdo a lo anterior la ecuación 3.8 se transforma en.

$$U_E = 2 \cdot \sqrt{\left[f \cdot \left(\frac{\sum_{i=1}^n (\%ERX - \%ERX)^2}{n(n-1)} \right)^{\frac{1}{2}} \right]^2 + (S_{cc})^2 + \left(\frac{e_R}{\sqrt{3}} \right)^2} \quad (\text{Ec. 3.9})$$

La ecuación 3.9 representa el modelo matemático para estimar la incertidumbre de la medición análisis químico por fluorescencia de rayos X, al 95% de probabilidad.

3.3.1.8 Expresión del resultado de la medición

Tal como lo menciona el apartado 2.7.9 la incertidumbre expandida se reportó con dos cifras significativas, y el valor del estimado del mensurando se redondeo de forma que no contenga cifras posteriores, a la posición decimal de la última cifra significativa reportada en la incertidumbre.

Los modelos de las incertidumbres para las demás mediciones estudiadas (tabla 3.10), se desarrollaron siguiendo la metodología de la figura 3.2 y se encuentran reportados en el apéndice D.

3.4 DETERMINACIÓN DE LAS INCERTIDUMBRES DE LOS MÉTODOS DE ENSAYOS QUÍMICOS Y FÍSICOS

En la sección 3.3 se estableció la metodología para modelar las incertidumbres de las mediciones (figura 3.2), a través de unas series de etapas que pueden variar dependiendo del método de ensayo que se esté aplicando. Por otro lado partiendo del modelo matemático (ecuación 3.9) se determinó la incertidumbre en la medición análisis químico por fluorescencia de rayos X con un nivel de confianza de 95%.

Ajustando la expresión 3.9 a la medición de dióxido de silicio (%SiO₂) (tabla 3.11), se tiene:

$$U_E = 2x \sqrt{\left[f \cdot \left(\frac{\sum_{i=1}^n (\%SiO_2 - \overline{\%SiO_2})^2}{n(n-1)} \right)^{\frac{1}{2}} \right]^2 + (S_{cc})^2 + \left(\frac{e_R}{\sqrt{3}} \right)^2} \quad (\text{Ec. 3.10})$$

donde:

$\sum_{i=1}^n (\%SiO_2 - \overline{\%SiO_2})^2$: sumatoria del tratamiento estadístico para n mediciones

del %SiO₂;

n : número de mediciones realizadas de %SiO₂;

f : factor de corrección un nivel de confianza de 95%, basada en la distribución t de student (tabla 2.2);

S_{CC} : desviación de la curva de calibración del %SiO₂;

e_R : error en el redondeo de la medición %SiO₂.

El modelo matemático en la etapa de combinación (sección 3.3.1.6) se evaluaron distintas fuentes de incertidumbre: (repetibilidad, calibración y el redondeo de la medición), por lo tanto las distintas componentes de la expresión 3.10 se identificaron con u_1 , u_2 y u_3 respectivamente, dando como resultado:

$$U_E = 2x\sqrt{(u_1)^2 + (u_2)^2 + (u_3)^2}$$

Por otro lado la sumatoria $(\%SiO_2 - \overline{\%SiO_2})^2$ de la expresión 3.10 fue estimada con los valores de la tabla 3.12, resultando:

$$\sum_{i=1}^n (\%SiO_2 - \overline{\%SiO_2})^2 = 0,0218$$

Tabla 3.12 Tratamiento estadístico del %SiO₂.

Muestra	%SiO ₂	(%SiO ₂ - prom%SiO ₂)	(%SiO ₂ -prom%SiO ₂) ²
1	13,71	-0,06	0,0036
2	13,79	0,02	0,0004
3	13,79	0,02	0,0004
4	13,82	0,05	0,0025
5	13,68	-0,09	0,0081
6	13,85	0,08	0,0064
7	13,75	-0,02	0,0004
Promedio	13,77	-	-

De acuerdo a la tabla 3.12 se tienen 7 mediciones (n), con factor de corrección (f) igual a 1,3 (tabla 2.2). Sustituyendo los valores de la sumatoria, n y f en la

expresión u_1 de la ecuación 3.10, se tiene un estimado de la incertidumbre de la repetibilidad igual a $u_1 = 30E - 03$.

Según el reporte del equipo de rayos X la curva de calibración %SiO₂ (valor reportado en el apéndice de la figura B.1), presenta un error estándar de $S_{CC} = 0,1106$ ó $u_2 = 0,1106$.

El redondeo de la medición (%SiO₂) en el equipo está dado por 0,01 (tabla 3.12), por lo tanto el peor error del redondeo esta dado por $e_R = 0,005$. Introduciendo este último valor en la expresión u_3 tenemos una incertidumbre derivada del redondeo de la medición igual a $u_3 = 29E - 04$.

Los valores de u_1 , u_2 y u_3 se sustituyen en la expresión 3.10, obteniéndose un valor de incertidumbre expandida (U_E), se tiene:

$$U_E = \pm 0,23$$

Por tanto el resultado de la medición está dado por el promedio de la tabla 3.12 y la incertidumbre expandida, %SiO₂ = (13,77 ± 0,23) %.

El resto de las mediciones en la molienda de crudo (tabla 3.11), fueron estimadas con el modelo de la ecuación 3.09, los datos de las tablas B.27 y las figuras B.2-B.5. Por otro lado las incertidumbres de las mediciones de los ensayos en la molienda de cemento, se estimaron con los datos de la tabla B.28 y las expresiones de los apéndices D.1, D.2, D.3. Las incertidumbres con un nivel de confianza al 95% se encuentran reportadas en la tabla 3.13.

Tabla 3.13 Incertidumbre de las mediciones en el control de la producción de crudo tipo I y cemento tipo III.

Control	Harina Cruda tipo I					Cemento tipo III		
Medición	%SiO ₂	%CaO	%Al ₂ O ₃	%Fe ₂ O ₃	%MgO	%SO ₃	T-325	Blaine
U_E	0,23	0,38	0,12	0,24	0,20	0,028	1,091	155

3.4.1 Tolerancias del proceso

Una vez determinadas las incertidumbres de las mediciones fisicoquímicas resultó necesario relacionar dichos valores contra límites particulares, un buen estimado

en este caso son las tolerancias del proceso (T_p), puesto que en ellos está implícito el rango de trabajo de las variables estudiadas.

Los rangos de trabajos fueron aportados por la gerencia de aseguramiento de la calidad, para los ensayos fisicoquímicos en el control de la producción de la molienda de crudo y molienda de cemento, dichos valores se reproducen en la tabla 3.14.

Tabla 3.14 Tolerancias de proceso para los ensayos fisicoquímicos en el control de la producción de crudo tipo I y cemento tipo III.

Mediciones	T_p
Control de crudo	
%SiO ₂	±1,5
%CaO	±1,8
%Al ₂ O ₃	±0,6
%Fe ₂ O ₃	±0,8
%MgO	±0,3
Control del cemento	
%SO ₃	±0,2
% Retenido 325	±4,0
Permeabilidad Blaine m ² /Kg	±500

Con los valores de la tabla 3.14 y 3.13 se determinó la relación T_p/U_E para cada una de las mediciones, ya que en el siguiente capítulo resultó necesario realizar un análisis de aceptación o rechazo de las incertidumbre expandidas, en función de las tolerancias del proceso y la criticidad de la medición. Las relaciones T_p/U_E se reproducen en la tabla 4.7.

CAPÍTULO 4

DISCUSIÓN DE RESULTADOS, CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 ANÁLISIS DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN Y CONTROL DEL MOLINO DE CRUDO N° 10 Y MOLINO DE CEMENTO N° 11

A partir de los diagramas de corridas se logró detectar las causas especiales de variación que están afectando la regularidad de la harina cruda y cemento en la línea 6 de Pertigalete II. En las siguientes secciones se muestran los análisis realizados a cada variable de operación y control de los molinos 10 y 11, mostrando al final los factores que tuvieron mayor incidencia en los sistemas estudiados.

4.1.1 Análisis de las condiciones de operación y control del molino de crudo N° 10

Luego de aplicar la metodología descrita en la sección 3.1 se seleccionó el período con mayor variabilidad (período IV), con el fin de analizar las tendencias de las variables operacionales (dosificadores de materias primas: esquisto, caliza, hierro y arcilla) y su influencia en los parámetros de control de proceso (módulo silícico, saturación de cal y aluminato tricálcico). Aunado a lo anterior se estudió la granulometría del material (harina cruda), puesto que es parámetro clave para evitar problemas operacionales en la etapa de cocción del proceso de fabricación del cemento. Es importante destacar que todos los demás períodos (I, II y III) fueron analizados igual que el período IV, cuyas tendencias se muestran en el apéndice C.

4.1.1.1 Dosificadores de materias primas

La tabla 4.1 reproduce el tratamiento estadístico para la dosificación de esquisto, período IV, necesario para llevar a cabo el análisis de dicha variable operacional.

Tabla 4.1. Tratamiento estadístico para la dosificación de esquisto.

Período	Días	promX (ton/h)	σ	V.máx	V.mín	LIE	LSE	N° datos
IV	22	60,80	23,42	75,33	2,01	37	115	10
	23	53,90	3,64	61,97	50,30			8
	25	63,94	1,25	65,40	62,35			4
	26	68,38	9,44	84,47	58,32			10
	28	68,98	3,71	71,34	64,71			3
	29	63,07	17,99	73,74	13,14			10
	30	70,58	3,54	74,29	64,68			6

En la figura 4.1 muestra la alimentación de esquisto (período IV) y se puede apreciar fluctuaciones en todo el rango de trabajo, dando como resultado desviaciones elevadas; un ejemplo de ello fue el día 22 con desviación de 23,42, máximos y mínimos de 75,33 y 2,01, respectivamente (tabla 4.1). Lo anterior se pudo deber, según el historial del proceso, a fallas en el flujo del material alimentado, por lo tanto este factor se consideró como una posible causa determinante de variación de harina cruda.

Por otro lado a comienzos del día 23 se observó un declive en el flujo de esquisto ya que hubo un cambio de pila en dicho material (PB-165, apéndice B.16), y una variación del 6% en el set point (apéndice B.18).

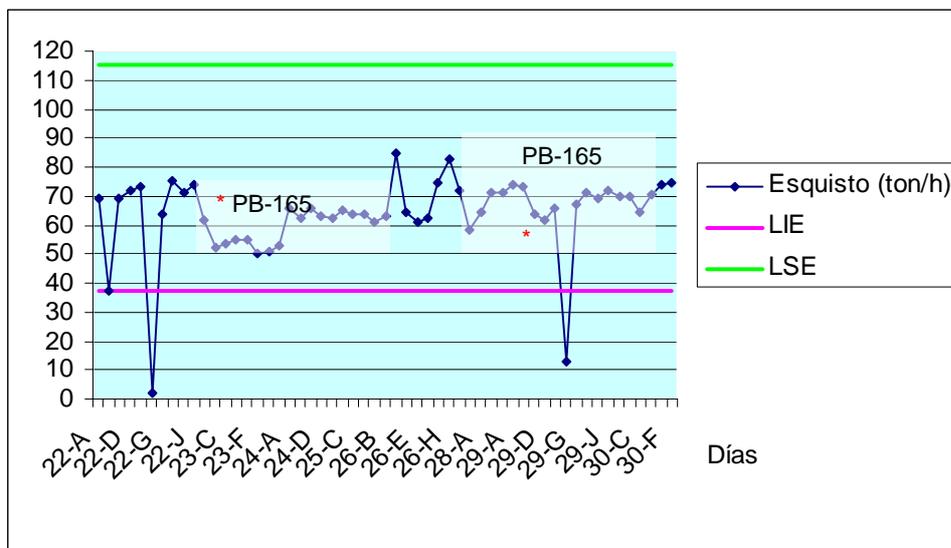


Figura 4.1 Diagrama de corrida para el dosificador de esquisto, período IV.

Otro punto de importante consideración fue el 29 de enero, cuya desviación fue de 17,987 con máximos y mínimos de 73,737 y 13,143 (Tabla 4.1). La causa de este descenso no fue precisado en el historial, pero según el analista de turno se presume que hubo fallas en la tolva debida a obstrucción de material en la misma.

Los demás dosificadores (caliza, hierro y arcilla), presentaron variaciones semejantes al material de esquisto, cuyos diagramas de corrida se encuentran en los apéndices C.7, C.11 y C.15.

4.1.1.2 Influencia de los dosificadores de materias primas en los parámetros de control de procesos

Una vez analizado las tendencias de los materiales dosificados, se estudió la influencia que tenían dichas fluctuaciones en relación con los parámetros de control de proceso; encontrándose que la saturación de cal fue la que mayor descontrol presentó, en comparación con las demás variables (módulo silíceo y aluminato tricálcico) cuyas tendencias se muestran en los apéndices C.19 y C.25.

Esta falta de control, se observa en la figura 4.2 para los días 22, 23, 26 y 30 (tabla 4.2), lo anterior se pudo deber principalmente a que este parámetro depende de los cuatro óxidos fundamentales (SiO_2 , CaO , Fe_2O_3 y Al_2O_3), y por ende de las materias primas estudiadas en la sección 4.1.1.1 (esquisto, caliza, hierro y arcilla).

Además se puede añadir que las constantes fallas de los flujos de las materias primas antes mencionadas, los cambios de pila (alto y bajo carbonato) y la heterogeneidad de las pilas principalmente en los conos iniciales y finales, contribuyeron en gran medida a las fluctuaciones mostradas en la figura 4.2.

Tabla 4.2 Tratamiento estadístico para la saturación de cal.

Período	Días	promX	σ crudo	V.máx	V.mín	σ horno	LIE	LSE	Nº datos
IV	22	96,38	6,22	101,24	83,42	2,08	95	98	10
	23	97,77	4,77	106,48	91,85	1,59			8
	25	97,60	3,78	101,21	94,09	1,26			4
	26	95,89	4,86	105,28	89,13	1,62			10
	28	98,95	3,32	99,00	102,41	1,11			3
	29	97,61	2,75	100,19	91,03	0,92			10
	30	100,58	4,93	107,16	93,93	1,64			6

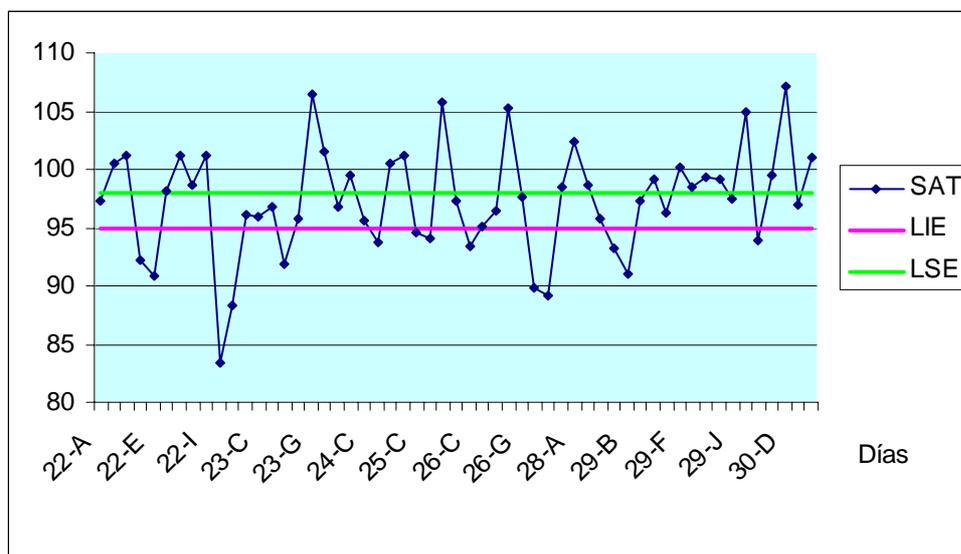


Figura 4.2 Diagrama de corrida para la saturación de cal, período II.

4.1.1.3 Fineza de la harina del molino de crudo N°10

La fineza de crudo es uno de los factores físicos individuales más importante que influyen sobre los costos de producción y sobre la calidad del clinker, por lo tanto se debe mantener un control estricto dentro de los rangos de especificación ($17 < \text{objetivo} < 19$).

De acuerdo a lo anterior, se tiene para la figura 4.3 que la mayoría de los valores están fuera del límite superior de control, las causas de esta fluctuación se le atribuye al material dosificado, propias de un crudo tipo II lo cual dificulta obtener la granulometría esperada. Además, al tener valores más altos de retenido trae como consecuencia un exceso de consumo calorífico en el horno, puesto que se necesitaría aumentar la temperatura de clinkerización. Aunado a lo anterior las partículas más grandes en el material podrían dar origen a la formación de elevada cal libre (CaO_L) en el clinker.

En la tabla 4.3 se observa que la mayoría de los valores promedios que superan al límite superior de especificación (LSE 19), no afecta a la cal libre ya que los mismos son menores a lo establecido por el proceso ($< 2\%$). Sin embargo, se debe tener cuidado porque esto no siempre sucede así, puesto que para el día

20 y 26 el oxido de calcio libre se vio alterada con residuos de 19,8 y 18,6% cuya contribución de CaO_L fue de 2,33 y 2,30 respectivamente (tabla 4.3).

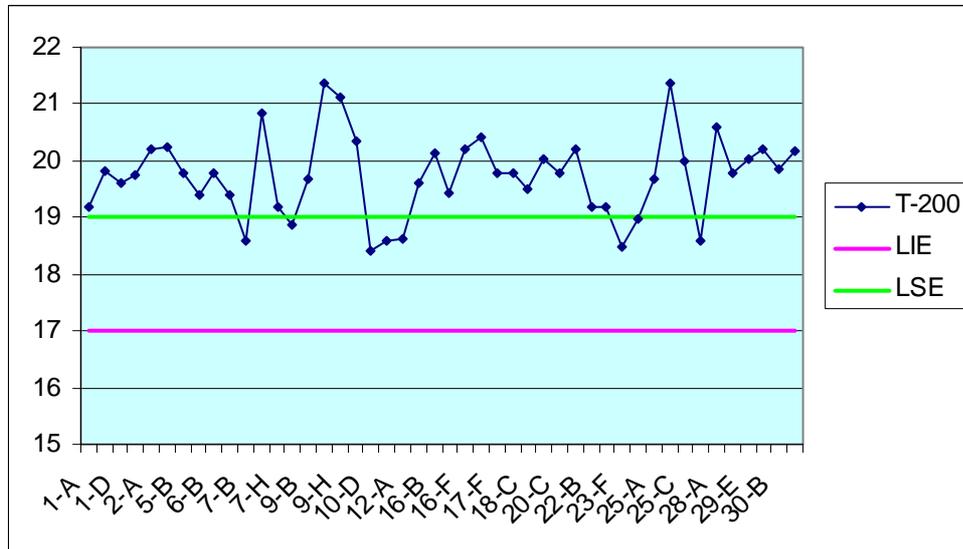


Figura 4.3 Diagrama de corrida para el parámetro retenido tamiz 200.

Tabla 4.3 Tratamiento estadístico del retenido tamiz 200 (74 μm).

Días	promX	σ	V.máx	V.mín	Prom CaO (Horno)
1	19,600	0,279	19,820	19,200	1,27
2	20,200	0,000	20,200	20,200	0,84
3	20,000	0,000	20,000	20,000	1,17
4	20,240	0,000	20,240	20,240	0,96
5	20,030	0,170	20,200	19,860	1,15
6	19,600	0,283	19,800	19,400	1,01
7	19,560	1,160	20,840	18,600	1,04
8	18,860	0,000	18,860	18,860	1,05
9	20,720	0,909	21,360	19,680	0,71
10	18,980	1,210	20,330	18,000	1,21
11	19,230	0,042	19,260	19,200	1,26
12	19,110	0,693	19,600	18,620	0,68
13	18,630	0,000	18,630	18,630	1,24
14	20,000	0,283	20,200	19,800	1,50
15	19,430	1,153	20,260	18,630	0,64
16	19,920	0,432	20,200	19,420	1,01
17	20,000	0,346	20,400	19,800	1,34
18	19,520	0,000	19,520	19,520	0,96

**Tabla 4.3 Tratamiento estadístico del retenido tamiz 200 (74 μm)
(Continuación).**

Días	promX	σ	V.máx	V.mín	Prom CaO (Horno)
19	20,030	0,000	20,030	20,030	0,56
20	19,800	0,000	19,800	19,800	2,33
21	20,200	0,000	20,200	20,200	-
22	19,500	0,424	19,800	19,200	1,32
23	19,050	0,778	19,600	18,500	1,49
24	18,960	0,000	18,960	18,960	0,91
25	20,000	0,000	20,000	20,000	1,08
26	18,600	0,000	18,600	18,600	2,30
28	20,600	0,000	20,600	20,600	1,43
29	20,010	0,200	20,200	19,800	1,12
30	20,010	0,212	20,160	19,860	1,76

4.1.2 Análisis de las condiciones de operación y control del molino de crudo N°11

La última etapa en la fabricación del cemento es la molienda de clinker mezclado con el yeso. A continuación se muestran las influencias de los controles en esta etapa por medio del retenido 45 μm , el área superficial (Permeabilímetro Blaine) y la cantidad de sulfatos presentes en el cemento tipo III.

4.1.2.1 Fineza del cemento tipo III

La finura es una propiedad vital del cemento y tiene que someterse a un control cuidadoso, en este caso el empleo de un tamiz de prueba de 45 μm aseguraría que el cemento tiene la granulometría adecuada para resistencias a corto, mediano o a largo plazo. El ensayo anterior por si solo no es suficiente para obtener información de la fineza del cemento, es por ello que adicionalmente se emplea el método Blaine de permeabilidad, la cual es una medida relativa promedio del tamaño de las partículas, expresada como superficie específica.

En la tabla 4.4 se muestran los valores correspondientes al período con mayor desviación del retenido 325.

Tabla 4.4 Tratamiento estadístico para el retenido tamiz 325.

Período	Días	Prom X	σ	V.máx	V.mín	LIE	LSE	N° datos
III	18	10,192	1,530	11,700	6,300	9	11	12
	19	9,295	2,153	11,900	5,820			10
	20	10,729	2,163	15,900	9,350			8
	21	8,435	1,827	10,400	5,480			11
	23	8,233	0,520	8,960	7,160			12
	24	11,590	2,959	17,800	7,840			8
	25	9,760	2,339	13,760	7,810			5

En la gráfica 4.4 se evidencia falta de control a finales del día 19 observándose un residuo mínimo de 5,82 (objetivo 10%), esto se pudo deber a una falla en el sistema específicamente desviación en la banda dosificadora. Seguidamente se observa para el día 20B un residuo de 15,90% el cual no se justifica puesto que las condiciones de operación se mantuvieron sin cambios aparentes (Figura 4.5). Sin embargo la razón de tal desviación (tabla 4.4) se pudo deber según analista a obstrucción de residuo en la malla del tamiz por ensayos anteriores.

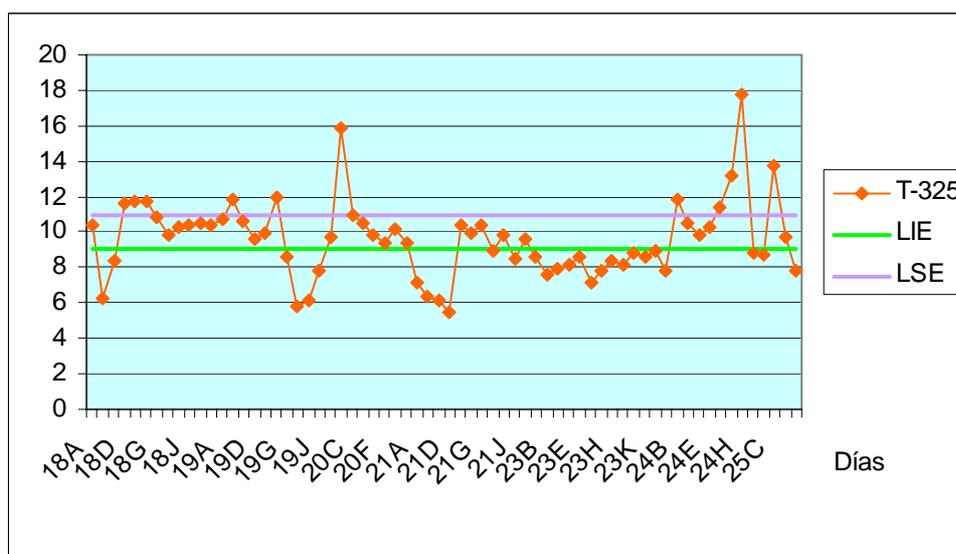


Figura 4.4 Diagrama de corrida para el retenido tamiz 325, período III.

A comienzo del 21 de enero se tienen valores fuera del límite inferior de especificación las causas no fueron precisadas ya que no se reportó ninguna causa que originara este descenso. Sin embargo la puesta en marcha del molino para el día 23 causó residuo bajo debido a que se presentó taponamiento en el separador Osepa. Es importante destacar que estas fallas se presentaron en todos los períodos estudiados, por lo tanto son posibles causas determinante de variación del cemento tipo III.

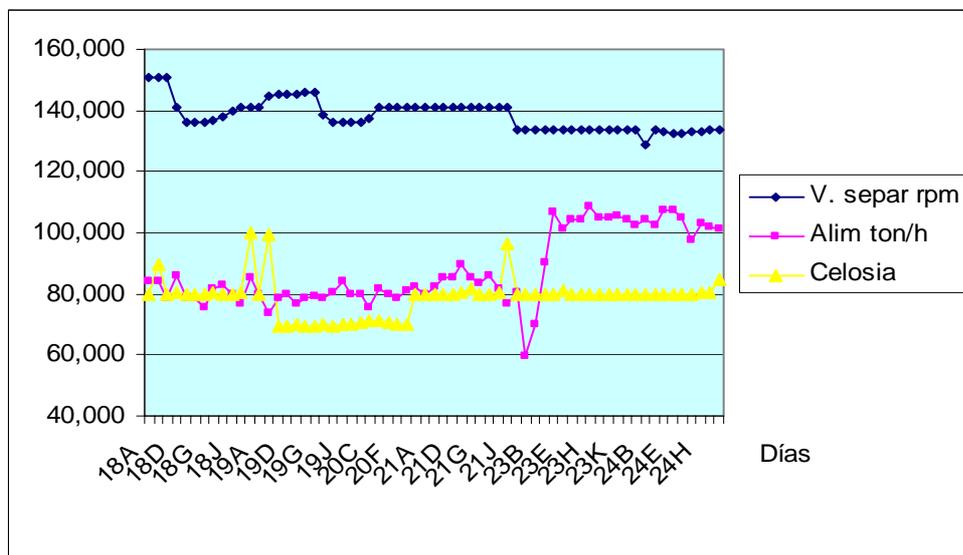


Figura 4.5 Diagrama de corrida para la velocidad del separador, celosía y el flujo de alimentación en el molino 11, período III.

Por otro lado en la figura 4.6 se observa que la tendencia de los valores del área superficial del cemento, se encuentra dentro del límite de control (alrededor de 3500 cm²/g). Controlando de esta manera los requerimientos de resistencia temprana en el cemento.

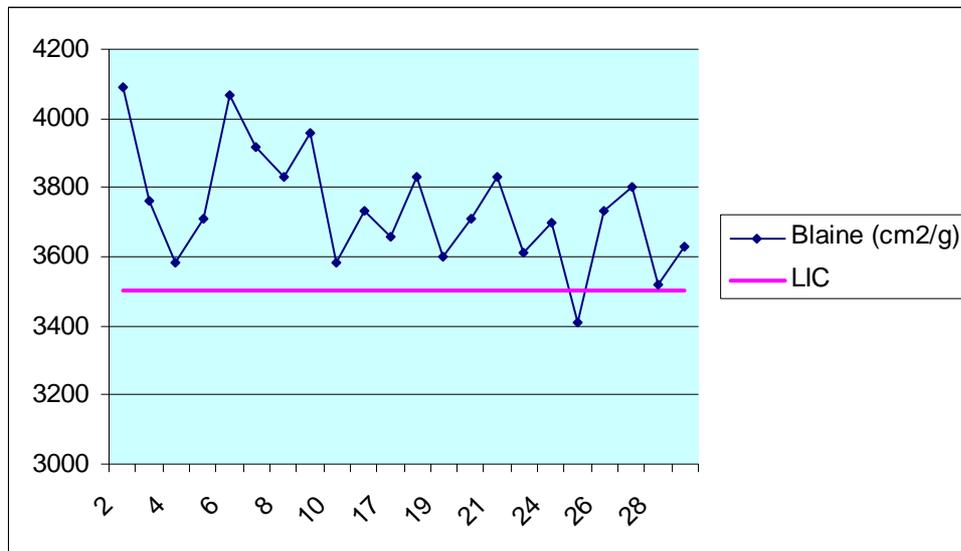


Figura 4.6 Diagrama de corrida del área superficial del cemento por medio del permeabilímetro Blaine.

4.1.2.2 Porcentaje de sulfato presente en el cemento tipo III

El yeso adicionado al cemento se controla a través de la cantidad de sulfato presente, manteniendo el valor dentro de parámetros de control comprendido entre 2,8 y 3,20 (objetivo 3). Por lo tanto fue necesario realizar un seguimiento a tal variable con el fin de establecer algunos factores operativos (alimentación total y dosificación de yeso en ton/h), que afectan la tendencia de la misma.

Tabla 4.5 Tratamiento estadístico para el porcentaje de sulfato en el cemento tipo III

Período	Días	promX	σ	V.máx	V.mín	LIE	LSE	Nº datos
III	18	3,101	0,075	3,220	2,970	2,8	3,2	12
	19	2,677	0,554	3,230	1,690	2,8	3,2	10
	20	2,710	0,359	3,020	2,100	2,8	3,2	8
	21	2,975	0,171	3,300	2,800	2,8	3,2	11
	23	2,781	0,615	4,100	1,860	2,8	3,2	12
	24	3,025	0,161	3,160	2,640	2,8	3,2	8
	25	3,176	0,056	3,250	3,100	2,8	3,2	5

En la figura 4.7 se tiene que la variabilidad a finales del día 19 de enero, presentó una desviación de 0,554 con valores máximos y mínimos de 3,230 y 1,690 respectivamente (tabla 4.5). La causa de este último se debió a fallas en la banda

dosificadora. De acuerdo con lo anterior se aumentó la cantidad de yeso progresivamente estabilizando el %SO₃ en horas posteriores.

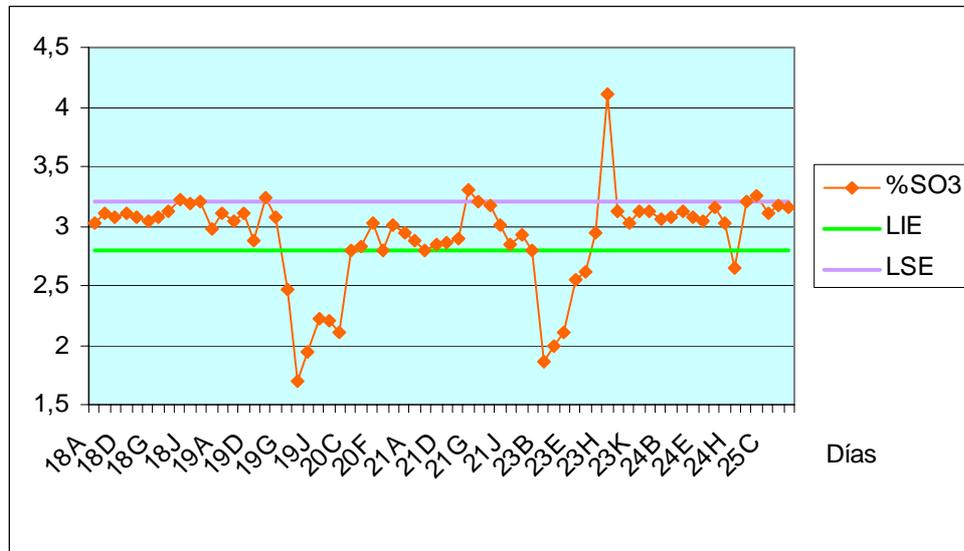


Figura 4.7 Diagrama de corrida para el parámetro porcentaje de sulfatos, período III.

Otro caso donde se observa descontrol fue el día 23 específicamente los puntos 23B y 23H con cantidades de sulfato de 1,86 y 4,1% respectivamente. En ambos casos existieron variaciones en las toneladas de yeso (descenso 6,6 a 4,841 y aumento en la cantidad de yeso 6,89 ton/h). Para finalizar con este período se obtuvo que el %SO₃ en punto 24H se situó fuera del límite inferior de especificación 2,64%, en este caso el proceso venía presentando fallas en el flujo de yeso (figura 4.8).

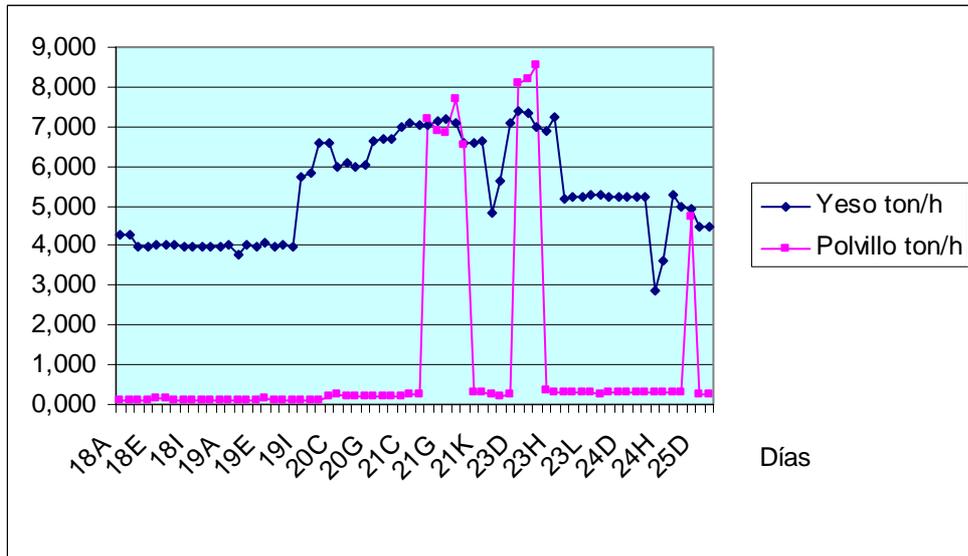


Figura 4.8 Diagrama de corrida para dosificador de yeso y adición de polvillo en el molino 11, período III.

4.1.3 Análisis de la variabilidad del crudo tipo I y cemento tipo III

Luego de estudiar las distintas condiciones de operación y control de ambas moliendas, se procedió a la cuantificación de los factores que incidieron en ambos sistemas para el período enero-2010.

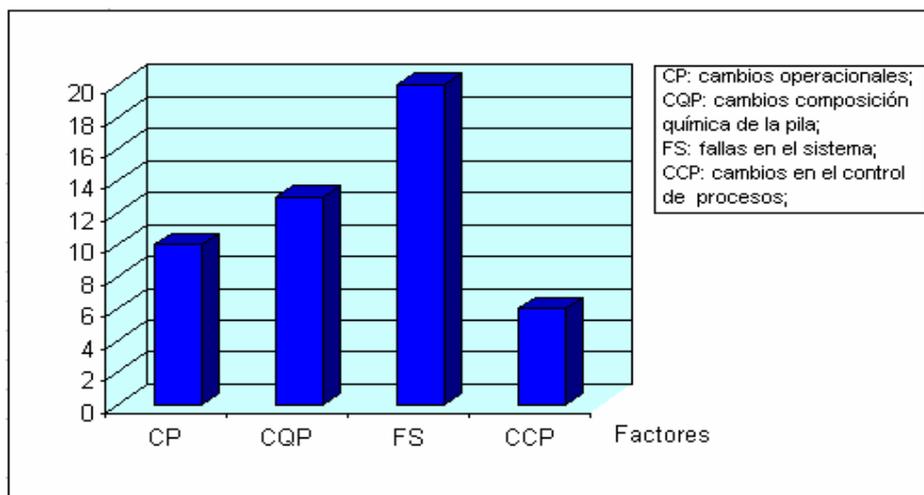


Figura 4.9 Principales factores que afectaron a la molienda de crudo tipo I.

Al estudiar las diferentes materias primas (esquisto, caliza, hierro y arcilla), se encontró que los factores que tuvieron mayor incidencia en la variabilidad de la harina cruda, fueron las fallas presentadas en el sistema y los cambios en la

composición química de la pila. Lo anterior se representa gráficamente en la figura 4.9 donde se cuantifican aproximadamente el número de veces en que ocurrieron tales eventos durante un tiempo determinado. Dichos factores resultan lógicos puesto que la molienda además de presentar diariamente distintas eventualidades identificadas como fallas en el transporte, en el flujo de agua, tolvas de materiales vacía entre otros, depende del flujo total alimentado. Esta última presenta variaciones en su composición química, debido a que los materiales que son explotados en canteras son mezclas realizadas por lotes con diferentes características químicas. Los demás factores tal como las variaciones en cambio de pila y los cambios en el control de proceso, se encontraron presentes en el seguimiento realizado influyendo de una menor manera en comparación con las anteriores.

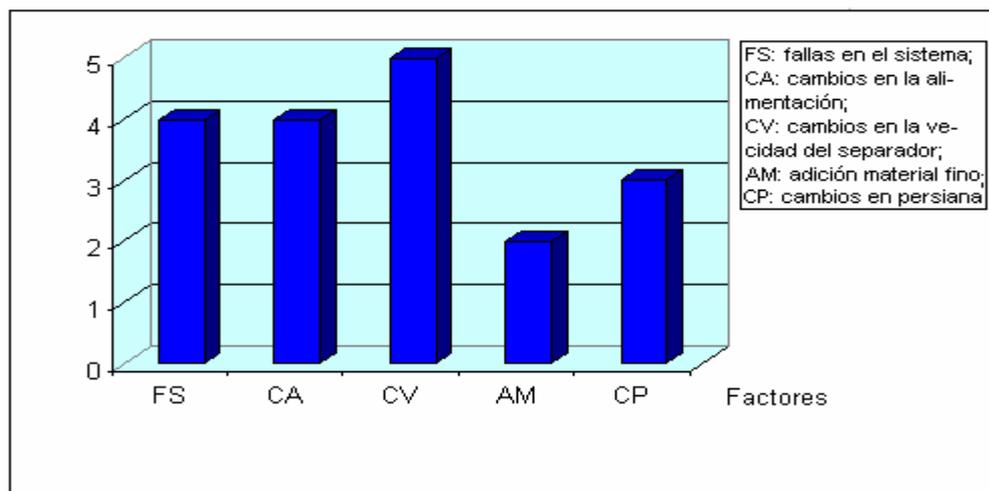


Figura 4.10 Principales factores que afectaron retenido tamiz 45 μm en el cemento tipo III. Enero 2010.

Por otro lado al estudiar los distintos factores que incidieron en el cemento tipo III se obtuvo que, los cambios en la velocidad y la dosificación de yeso (figura 4.10 y 4.11), fueron los factores que influyeron en su mayoría en los ensayos del retenido 45 μm y %SO₃ respectivamente.

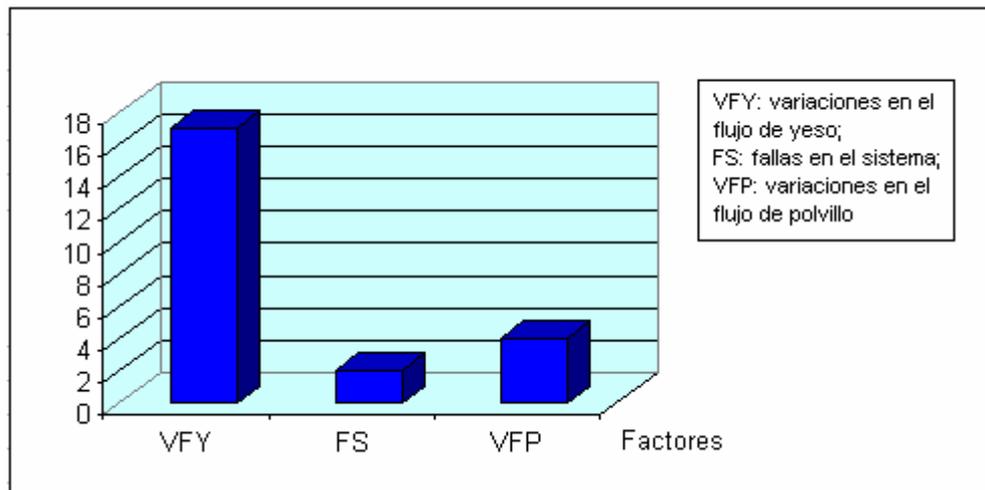


Figura 4.11 Principales factores que afectaron la cantidad de sulfatos presente en el cemento tipo III. Enero 2010.

4.2 COMPARATIVO DEL DESEMPEÑO DE LAS MEDICIONES FISICOQUÍMICAS DE LA PLANTA PERTIGALETE CON OTRAS INSTITUCIONES

4.2.1 Desempeño de las mediciones según la prueba CCRL

A partir de las comparaciones entre las desviaciones de las pruebas realizadas en Pertigalete por medio de los CCRL, con las desviaciones de las pruebas esperadas por todos los laboratorios participantes, se obtuvieron las puntuaciones del desempeño de las mediciones fisicoquímicas en Cemex para el período 2007-2010. En la figura 4.12 se observa la tendencia del desempeño de las mediciones analíticas en la molienda de crudo, siendo el $\%Fe_2O_3$ y $\%MgO$ los compuestos con menores puntajes en comparación con los demás análisis químicos ($\%SiO_2$, $\%CaO$ y $\%Al_2O_3$).

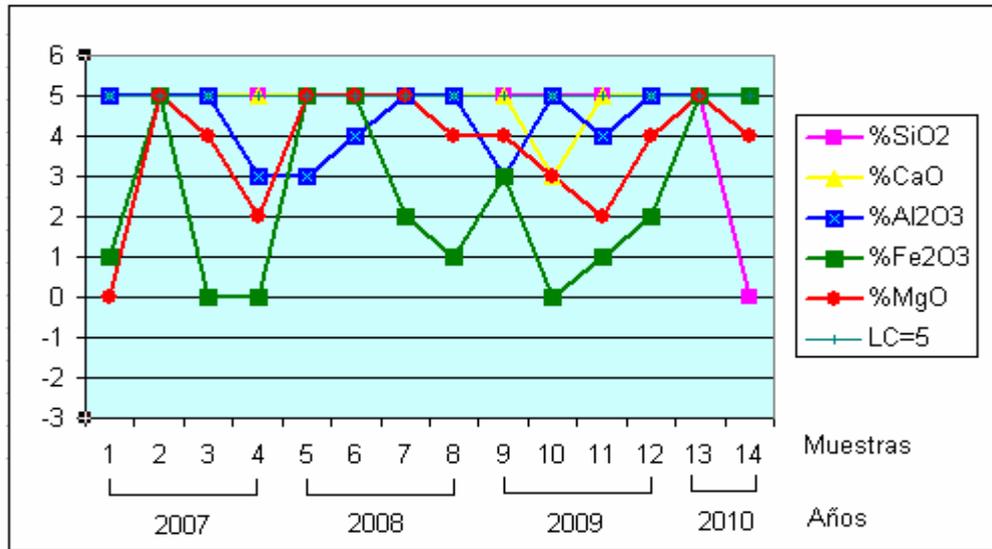


Figura 4.12 Desempeño de las mediciones analíticas en la molienda de crudo.

La tendencia anterior trajo como consecuencia que dichas mediciones (%Fe₂O₃ y %MgO) presentaran baja confiabilidad analítica (C_A) en el período estudiado, este hecho se observa en las dos últimas barras en azul de la figura 4.13 sin superar lo mínimo establecido (89%).

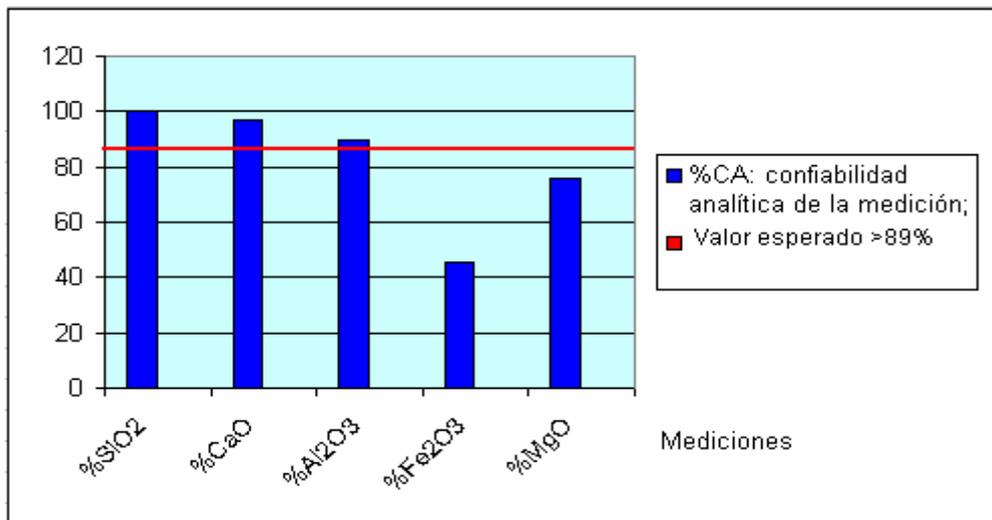


Figura 4.13 Confiabilidad analítica de las mediciones químicas en la molienda de crudo para el período 2007-2010.

Por otro lado en la figura 4.14 la tendencia del desempeño de las mediciones fisicoquímicas de la molienda de cemento, presentaron puntajes altos (4 y 5) en el

período 2007-2010, resultando porcentajes de confiabilidad analítica por encima del valor mínimo establecido (89%) tal como se muestra en la figura 4.15

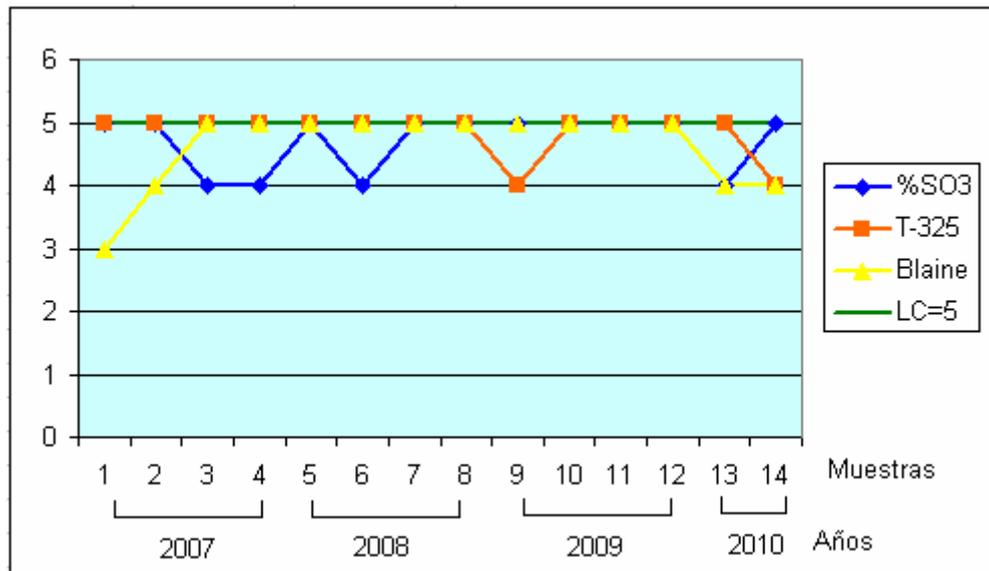


Figura 4.14 Desempeño de las mediciones fisicoquímicas en la molienda de cemento para el período 2007-2010.

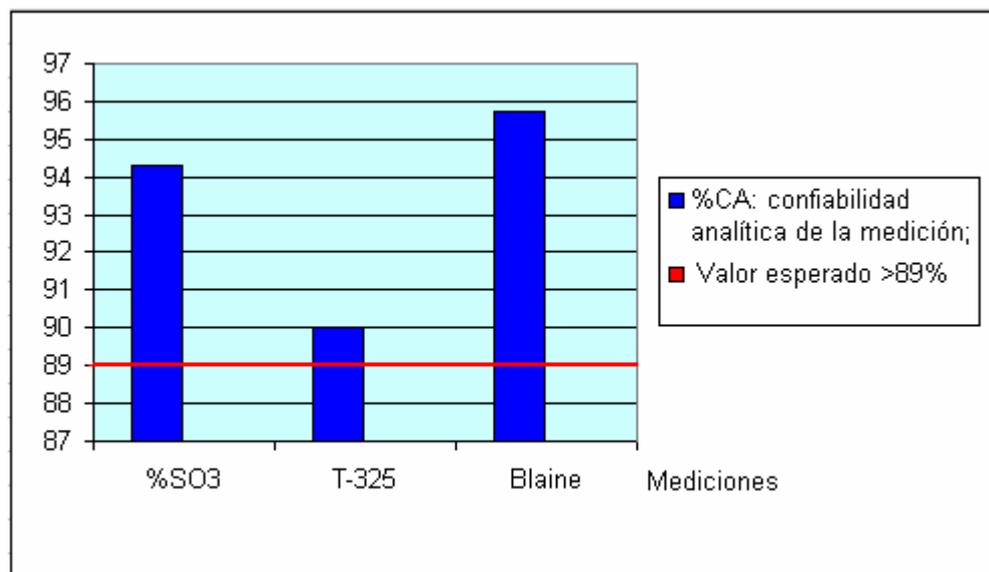


Figura 4.15 Confiabilidad analítica de las mediciones fisicoquímicas en la molienda de cemento para el período 2007-2010.

4.2.2 Desempeño de las mediciones según la prueba de verificación analítica

En la figura 4.16 se observa la tendencia del desempeño de las mediciones durante el período estudiado, dando como resultados incrementos en las puntuaciones de las pruebas para el año 2010, estos logros se debieron a las prácticas de homologación realizada entre los analistas para unificar criterios en los procedimientos fisicoquímicos, uno de ellos la verificación del tamiz 325 y la ejecución de los ensayos por un solo ensayista para trabajar en base a su repetibilidad.

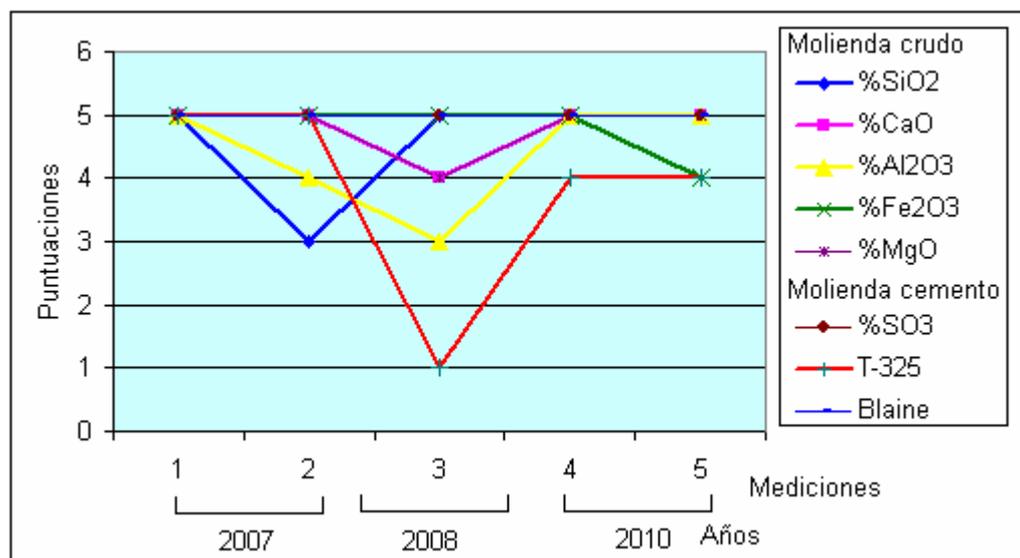


Figura 4.16 Desempeño de las mediciones fisicoquímicas en las moliendas de crudo y cemento para el período 2007-2010, prueba de verificación analítica.

Por otro lado en la figura 4.17 se puede observar que a pesar del buen desempeño de las mediciones para el año 2010, se tiene que el ensayo retenido 325 presentó índice de confiabilidad analítica por debajo del valor esperado (< 89%), este hecho se pudo deber al ensayista, por no tomar las medidas pertinentes en la realización del ensayo en el año 2008, cuya puntuación arrojada fue de 1 (figura 4.16), dando como resultado bajo rendimiento para el período 2007-2010.

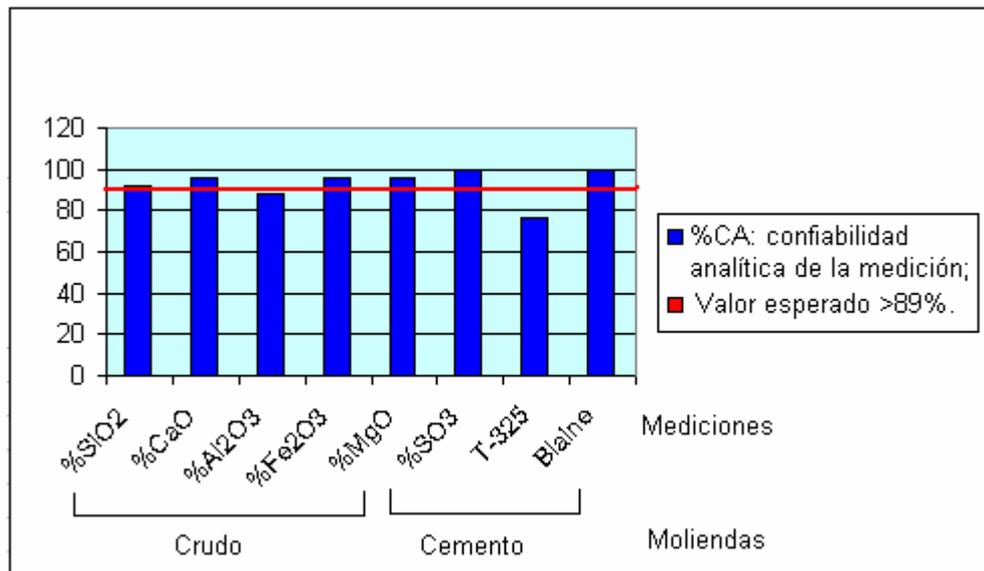


Figura 4.17 Confiabilidad analítica de las mediciones fisicoquímicas en las moliendas de crudo y cemento para el período 2007-2010, prueba de verificación analítica.

4.3 MODELOS PARA EL CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE DE LAS MEDICIONES FISICOQUÍMICAS

Los modelos desarrollados en la sección 3.3 y en los apéndices D.1, D.2 y D.3 están basados en el esquema de trabajo propuesto por la guía BIPM/ISO, para la expresión de la incertidumbre en las mediciones. Este documento es actualmente la referencia más completa sobre la evaluación y expresión de la incertidumbre, con una amplia aceptación internacional, contribuyendo a la solución de este polémico tema.

Los pasos básicos descritos en la metodología seleccionada estuvieron dados por: la especificación del mensurando, identificación de las fuentes de incertidumbres, cuantificación y cálculos. Este último englobó la estimación de la incertidumbre combinada (nivel de confianza al 68% de probabilidad) y la expandida (nivel de confianza al 95% de probabilidad).

La etapa de especificación de los mensurandos se desarrollaron a partir del modelo matemático. Tal es el caso del modelo por fluorescencia de rayos X, en el cual los mensurandos se estimaron con el promedio de medidas sucesivas

obtenidas en el equipo. Los demás mensurandos (sulfatos, retenido tamiz 325, área superficial del cemento por medio del permeabilímetro Blaine), se determinaron a través de expresiones matemáticas encontrados en los procedimientos internos del laboratorio de fisicoquímica.

Por otro lado, las etapas de identificación y cuantificación de los modelos desarrollados, dependieron de los tipos de incertidumbre (A y B); evaluadas a partir del conocimiento de los aspectos metrológicos de los equipos (resolución, errores máximos permitidos por los equipos), aplicación de tratamientos estadísticos (desviación estándar de las observaciones bajo condiciones de repetibilidad; distribución de probabilidades; métodos de mínimos cuadrados en el caso del modelo de la calibración del turbidímetro, en la medición de sulfatos; varianza interclase en la medición del área superficial del cemento), información de las verificaciones y calibraciones. Este último merece un modelado en particular puesto que las calibraciones de las mediciones estudiadas (sulfatos, retenido tamiz 325, área superficial del cemento), no fueron realizadas por agentes externos (Serycer), sino siguiendo procedimientos de las normas COVENIN.

Las condiciones ambientales, tal como la temperatura y la humedad relativa, no formaron parte directa de las fuentes y evaluación de las incertidumbres, ya que se asumió que las mismas estaban dentro de las observaciones repetidas bajo condiciones de repetibilidad.

Las últimas etapas del modelado lo constituyeron las incertidumbres combinada y expandida. Estos pasos se dieron luego de evaluar cada una de las componentes, empleando para ello procedimientos para combinar las mismas y obtener un valor final que represente las incertidumbres estándar del resultado de la medición. Las expresiones de las incertidumbres combinadas fueron seleccionadas en función de las variables correlacionadas o no, y del tipo de operación matemática (cociente, multiplicación y potencia) en el modelado matemático.

Los modelos desarrollados tuvieron la ventaja que una vez introducido las componentes para estimar la incertidumbre es posible detectar por medio de la etapa de evaluación la incertidumbre estándar, el valor que afecta en mayor grado

la incertidumbre total. Permitiendo de este modo ejercer acciones correctivas en la medición.

4.4 DETERMINACIÓN DE LAS INCERTIDUMBRES DE LOS MÉTODOS DE ENSAYOS QUÍMICOS Y FÍSICOS

Las incertidumbres de las mediciones fisicoquímicas se estimaron a partir de los modelos desarrollados en la sección 3.3 y en los apéndices D.1, D.2 y D.3, mediante el empleo de las etapas de especificación, identificación, cuantificación y cálculos, descritas en la metodología de la guía BIPM/ISO. Sin embargo, a parte de la estimación fue importante la utilización de un criterio que permitiera demostrar si las incertidumbres expandidas (nivel de confianza al 95% de probabilidad), son aceptables o no. En este caso se empleó la relación entre las tolerancias de los procesos de harina cruda y cemento tipo III con la incertidumbre expandida (tabla 4.6).

Tabla 4.6 Relación entre la tolerancia del proceso y la incertidumbre de la medición.

Criterio	Rango T_P/U_E
Incertidumbre aceptable de acuerdo a la tolerancia del proceso	$T_P/U_E > 10$
Incertidumbre aceptable según la criticidad de la medición	$3T_P/U_E < 10$
Revisar las causas de dispersión y corregir	$3 < T_P/U_E$

De acuerdo al criterio planteado en la tabla 4.6 son aceptables aquellas incertidumbres que cumplan con la primera o segunda relación. En el caso contrario el encargado en llevar a cabo el análisis deberá buscar cual es la magnitud que más pesa en el balance de incertidumbres. La tabla 4.7 reproduce dichas relaciones, para cada una de las mediciones fisicoquímicas.

Tabla 4.7 Relación entre la tolerancia del proceso y la incertidumbre expandida en el control de la producción de harina cruda tipo I y cemento tipo III.

Control	Harina Cruda tipo I					Cemento tipo III		
Medida	%SiO ₂	%CaO	%Al ₂ O ₃	%Fe ₂ O ₃	%MgO	%SO ₃	T-325	S
T_P/U_E	6,52	4,74	5,00	3,33	1,50	7,14	3,67	3,23

En la tabla 4.7 se muestran las relaciones entre la tolerancia del proceso y la incertidumbre expandida, tanto para el control de molienda de crudo como de la molienda del cemento tipo III, y se puede decir que para la producción de harina las incertidumbres son aceptables según la criticidad de la medición. Todo lo contrario ocurrió con el óxido de magnesio (%MgO) por el método de fluorescencia de rayos X, cuya relación T_p/U_E es menor a lo mínimo estipulado por el criterio de la tabla 4.6. Esto se pudo deber a que una de las componentes en la etapa de combinación, específicamente la incertidumbre estándar de la curva de calibración, fue demasiado alta en comparación con los otros estimados (tabla 4.8).

Tabla 4.8 Mensurandos y componentes de las incertidumbres expandidas en la medición análisis químico por fluorescencia de rayos X.

Medición	Mensurandos	Componentes de las incertidumbres		
		Repetibilidad	Calibración	Redondeo
%SiO ₂	13,77	30E-03	11E-02	29E-04
%CaO	42,60	29E-03	19E-02	29E-04
%Al ₂ O ₃	3,73	18E-03	59E-03	29E-04
%Fe ₂ O ₃	1,90	16E-03	12E-02	29E-04
%MgO	0,76	39E-04	86E-03	29E-04

Por otro lado en lo que respecta a las incertidumbres de las mediciones en el control de proceso de cemento tipo III, se tiene que todas las incertidumbres son aceptables de acuerdo a la criticidad de la medición. Sin embargo las incertidumbres del retenido 325 y Blaine de permeabilidad (área específica del cemento), representan un alerta puesto que las relaciones T_p/U_E se acercan al valor mínimo de dispersión, según el criterio de la tabla 4.6.

CONCLUSIONES

1. Las fallas en los dosificadores del molino 10, los cambios en la velocidad del separador y la dosificación de yeso en el molino 11, fueron los factores que incidieron principalmente en los parámetros de control de la harina tipo I y el cemento tipo III.
2. Los diagramas de corridas permitieron detectar las causas determinantes que afectaron el control de proceso de harina cruda y cemento.
3. Las mediciones de óxido de hierro y óxido de magnesio en el control de proceso de harina cruda, presentaron índices de confiabilidad analítica por debajo de lo establecido en norma ($< 89\%$), según el programa de interlaboratorios organizados por la ASTM.
4. Las mediciones en el control de proceso del cemento tipo III son confiables analíticamente ($\%C_A > 89\%$), según el programa de interlaboratorios organizados por la ASTM.
5. Las mediciones en el control de harina cruda y cemento son confiables analíticamente ($\%C_A > 89\%$), a excepción de la finura del retenido 325, según el programa de verificación organizado por la empresa Cemex Venezuela-Laboratorio Central.
6. La etapa de combinación de los modelos desarrollados permiten detectar cual componente tiene mayor peso en el balance de incertidumbre.
7. La guía BIMP/ISO representa un excelente método para modelar y estimar las incertidumbres de las mediciones fisicoquímicas.

8. Las incertidumbres de las mediciones químicas en el control de harina cruda (molino 10), son aceptables de acuerdo a la criticidad de la medición; excepto el óxido de magnesio.

9. Las incertidumbres de las mediciones físicas en el control del cemento tipo III (molino 11), son aceptables de acuerdo a la criticidad de la medición.

10. Las incertidumbres de las mediciones de óxido de hierro (control de harina cruda), retenido 325 y Blaine de permeabilidad (control de cemento); cuyas relaciones entre tolerancia de proceso e incertidumbre expandida (T_p/U_E) se encuentran cercano al límite inferior, según la criticidad de la medición, representan un alerta en el control de proceso.

RECOMENDACIONES

1. Realizar una evaluación a nivel de sistema de molienda de crudo, mediante el desarrollo de estrategias que identifiquen las causas de las fallas de los dosificadores de materias primas.
2. Revisar los puntos que conforman la curva de calibración del óxido de magnesio, con el fin de minimizar la desviación estándar y con ello la incertidumbre total de la medición estudiada.
3. Planificar capacitación al personal que labora en el laboratorio sobre los temas de error e incertidumbre de las mediciones fisicoquímicas.
4. Cerciorarse que los analistas que vayan a estimar las incertidumbres conozcan las características metrológicas de los equipos, los tratamientos estadísticos, dominen los ensayos y los empleen correctamente.
5. Darle continuidad al desarrollo de los modelos de incertidumbre para cubrir todos los mensurandos que se emplean en el control de la calidad del proceso.

BIBLIOGRAFÍA

- ASTM “**Manual informativo**”, USA, (2007).
- Baron, P. “**Manual de proceso de producción del cemento**”, Cemex Venezuela, (2000).
- Blanco, F. “**Introducción a la fabricación del cemento**”, (2003).
Disponible en:
<http://www.etsimo.uniovi.es/urs/fblanco/CEMENTOS.Fabricaciónintroducción>
- Crubellati y Di Risio “**Aspectos prácticos de la validación e incertidumbre en medidas químicas**”, Buenos Aires (1999).
Disponible en:
<http://www.mvotma.gub.uy/dinama/index.php?option=com>
- “**Manual de proceso de fabricación de cemento**”, Cemex Venezuela, (2003).
- “**Tecnología del cemento en la calcinación, Geología y Minado**”, Manual Cemex, México, (1998).
- González G. Alex R., “**Evaluación de la preparación y análisis de mineral de hierro para la implementación de procedimientos en ensayos del sistema de calidad ISO 17025 en un laboratorio de la Gerencia de Calidad de CVG Ferrominera Orinoco C.A**”, trabajo de grado presentado ante la Universidad de Oriente como requisito parcial para optar por el título de Ingeniero Químico (2004).

- Jiménez A. Ysdelys M., **”Mejoramiento del sistema de determinación de la incertidumbre en las mediciones de una empresa de revestimiento de tuberías”**, trabajo de grado presentado ante la Universidad de Oriente como requisito parcial para optar por el título de Ingeniero Químico **(2003)**.
- Juran, J y Gryna, F. **“Análisis y planeación de la calidad”**, Mc Graw Hill, México, **(2000)**.
- Neville, Adam M. **“Tecnología del concreto”**, Primera edición, México, **(1999)**.
- Operum, **“Manual de cemento”**, Cemex Venezuela **(1999)**.
- Owen, D. **“Métodos estadístico aplicados a la investigación y a la producción”**, Aguilar, S.A. Madrid **(1995)**.
- Wolfgang y Martínez **“Guía para estimar la incertidumbre de la medición”**, México, **(2000)**.

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:

TÍTULO	ESTIMACIÓN DE LAS INCERTIDUMBRES DE LAS MEDICIONES EN ENSAYOS PARA EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD EN EL CONTROL DE LA MOLIENDA DE CRUDO Y MOLIENDA DE CEMENTO EN UNA PLANTA CEMENTERA
---------------	--

AUTOR (ES):

APELLIDOS Y NOMBRES	CÓDIGO CULAC / E MAIL
OVALLES SOTILLO, ANGÉLICA MARÍA	CVLAC: 17.900.539 E MAIL: angélica.ovalles539@gmail.com

PALÁBRAS O FRASES CLAVES:

CONTROL DE PROCESO

ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE

MOLIENDA

MEDICIÓN

TOLERANCIA DE PROCESO

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:

ÁREA	SUBÁREA
ESCUELA DE INGENIERÍA	QUÍMICA

RESUMEN (ABSTRACT):

Se realizó la estimación de las incertidumbres de las variables fisicoquímicas para el aseguramiento de la calidad de los sistemas de molienda de crudo y molienda de cemento en la planta de Pertigalete. En primer lugar, se hizo un seguimiento de los parámetros de control y operación de las moliendas estudiadas. Hecho el seguimiento de los parámetros de control y de operación, se efectuaron comparaciones de las pruebas interlaboratorios organizado por la ASTM y por el laboratorio central de la empresa Cemex, para medir el desempeño de las mediciones fisicoquímicas de la planta con otras instituciones. Luego se desarrollaron modelos para las incertidumbres, resultando que, en la etapa de estimación, se detectó la componente que afecta en mayor grado la incertidumbre total de la medición. Con esta investigación se demostró que las incertidumbres fueron aceptables de acuerdo a la criticidad de la medición. Todo lo contrario sucedió con la determinación de óxido de magnesio por el método de rayos X, cuya relación entre la tolerancia del proceso y la incertidumbre no superó el valor mínimo para ser aceptado, la cual es mayor a 3.

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:

CONTRIBUIDORES:

APELLIDOS Y NOMBRES	ROL / CÓDIGO CVLAC / E_MAIL				
Ing. Quím. Alexis Cova, MSc	ROL	CA	AS	TU	JU
	CVLAC:	11.905.328			
	E_MAIL	alexiscovab@gmail.com			
	E_MAIL				
Ing. Quím. Rebeca Meneses	ROL	CA	AS	TU	JU
	CVLAC:				
	E_MAIL	rjomeneses@gmail.com			
	E_MAIL				
Ing. Quím. Héctor Silva, MSc	ROL	CA	AS	TU	JU
	CVLAC:	3.955.146			
	E_MAIL	hectorlsu@yahoo.es			
	E_MAIL				
Ing. Quím. Frank Parra	ROL	CA	AS	TU	JU
	CVLAC:	8.265.531			
	E_MAIL	frankparrag@gmail.com			
	E_MAIL				

FECHA DE DISCUSIÓN Y APROBACIÓN:

2011	04	07
AÑO	MES	DÍA

LENGUAJE. SPA

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:

ARCHIVO (S):

NOMBRE DE ARCHIVO	TIPO MIME
	Application/msword

**CARACTERES EN LOS NOMBRES DE LOS ARCHIVOS: A B C D E F G
H I J K L M N O P Q R S T U V W X Y Z. a b c d e f g h i j k l m n o p q r s t
u v w x y z. 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9.**

ALCANCE

ESPACIAL: _____ (OPCIONAL)

TEMPORAL: _____ (OPCIONAL)

TÍTULO O GRADO ASOCIADO CON EL TRABAJO:

INGENIERO QUÍMICO

NIVEL ASOCIADO CON EL TRABAJO:

PREGRADO

ÁREA DE ESTUDIO:

CONTROL DE PROCESOS

INSTITUCIÓN:

UNIVERSIDAD DE ORIENTE, NÚCLEO DE ANZOÁTEGUI

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:

DERECHOS

DE ACUERDO CON EL ARTICULO 41 DEL REGLAMENTO DE TRABAJO DE GRADO DE LA UNIVERSIDAD DE ORIENTE: “LOS TRABAJOS DE GRADO SON DE EXCLUSIVA PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD Y SÓLO PODRÁN SER UTILIZADOS POR OTROS FINES CON EL CONSENTIMIENTO DEL CONSEJO DE NÚCLEO RESPECTIVO, QUIEN LO PARTICIPARÁ AL CONSEJO UNIVERSITARIO”.

Angélica Ovalles

Prof. Alexis Cova
TUTOR ACADÉMICO

Prof. Héctor Silva
JURADO

Prof. Frank Parra
JURADO

POR LA COMISIÓN DE TRABAJO DE GRADO

Prof. Yraima Salas