

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1228-1:2000**

PRÓLOGO

**MINERALES DE HIERRO
Y PRODUCTOS SIDERÚRGICOS.
DETERMINACIÓN DE SÍLICE.
PARTE 1: MÉTODO GRAVIMÉTRICO**

(2^{da} Revisión)



FONDONORMA

PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN 1228:1997 **Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Determinación de sílice. Parte 1: Método Gravimétrico**, fue revisada de acuerdo a las directrices del Comité Técnico de Normalización CT7 **Materiales Ferrosos**, por el Subcomité Técnico SC2 **Métodos de Ensayo**, a través del convenio para la elaboración de normas suscrito entre el **Instituto Venezolano de Siderurgia IVES** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior N° 2000-03 de fecha 29/03/2000.

En la revisión de esta Norma participaron las siguientes entidades: OPCO; CASIMA; FMO; VENPRECAR; ORDI; TOPPCA; SIDOR; SIDETUR; VICSON e IVES.

(2^{da} Revisión)



NORMA VENEZOLANA
MINERALES DE HIERRO
Y PRODUCTOS SIDERÚRGICOS.
DETERMINACIÓN DE SÍLICE
PARTE 1: MÉTODO GRAVIMÉTRICO

COVENIN
1228-1:2000
(2^{da} Revisión)

1 OBJETO

1.1 Esta Norma Venezolana contempla el método para determinar el contenido de sílice en los minerales de hierro, así como en concentrados, pellas, sinter, briquetas, productos de calcinación y productos prerreducidos, que presenten un contenido de hierro total mayor a 5 % (p/p) y con contenidos de sílice entre 0,1 % (p/p) y 15 % (p/p).

1.2 Ninguno de los elementos que normalmente se encuentran en los minerales de hierro interfieren con este método a excepción del titanio cuando se encuentra a concentraciones mayores de 0,5 % (p/p).

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban vigentes en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquéllos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas.

COVENIN 1257-81 Minerales de hierro: método de preparación de muestras.

COVENIN 1240:2000 Minerales de hierro de hierro y productos siderúrgicos. Determinación de la humedad higroscópica en muestras para análisis químicos.

COVENIN 1722-81 Minerales de hierro: método manual de muestreo por incremento.

COVENIN 3482-1:1999 Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Vocabulario. Parte 1: Terminología para mineral de hierro y reducción directa

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta Norma Venezolana se aplican las definiciones indicadas en la norma COVENIN 3482-1 y las siguientes:

3.1 Sílice soluble

Es aquella que se descompone por ataque con ácidos, especialmente ácido clorhídrico, para formar ácido silícico y la sal del metal presente.

3.2 Sílice insoluble

Es aquella que no es descompuesta por ningún ácido, a excepción del ácido fluorhídrico.

4 SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

Los símbolos y abreviaturas utilizados en esta norma, son mostrados en la Tabla 1.

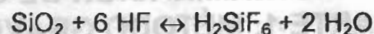
Tabla 1. Símbolos y abreviaturas

DESIGNACIÓN	SÍMBOLO	UNIDAD DE MEDIDA
SÍLICE	SiO ₂	% (p/p)
PESO DE MUESTRA	m	g
VOLUMEN	v	L; ml

5 RESUMEN DEL ENSAYO

El método descrito en la presente Norma consiste en disolver la muestra en ácido clorhídrico y calentar agregando ácido perclórico hasta la aparición de humos densos. El residuo insoluble se separa por filtración,

se calcina y se funde con carbonato de sodio; los productos de la fusión se disuelven en el filtrado, se separa la sílice por doble deshidratación utilizando ácido perclórico. Los dos precipitados se combinan, se calcinan y se pesan. La sílice se volatiliza, como tetrafluoruro de silicio, utilizando ácido fluorhídrico; se vuelve a calcinar y se pesa el residuo. Las reacciones involucradas son:



6 EQUIPO DE ENSAYO

6.1 Aparatos

Se requieren los aparatos usuales de un laboratorio químico.

6.2 Reactivos

Se deben utilizar en todas las pruebas productos químicos grado analítico (PA). Se pueden utilizar otros reactivos siempre y cuando se compruebe que son los suficientemente puros como para permitir su uso sin disminuir la exactitud de la determinación.

A menos que se indique lo contrario, se utilizará agua destilada o de similar pureza.

6.2.1 Ácido clorhídrico concentrado, HCl.

6.2.2 Ácido Clorhídrico Diluido, HCl (1:10).

6.2.3 Ácido Fluorhídrico Concentrado, HF 48%.

6.2.4 Ácido Nítrico Concentrado, HNO₃.

6.2.5 Ácido Perclórico Concentrado, HClO₄ 70 %.

6.2.6 Carbonato de sodio anhidro, Na₂CO₃.

6.2.7 Ácido sulfúrico concentrado, H₂SO₄.

6.2.8 Ácido sulfúrico diluido, H₂SO₄ (1:1).

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Toma y preparación de la muestra

Para el análisis, se debe usar una muestra con tamaño de partícula menor a 150 µm tomada de acuerdo con la norma COVENIN 1722 y preparada de acuerdo con la norma COVENIN 1257.

7.2 Secado de la muestra

La muestra debe ser secada, antes de realizar la determinación, de acuerdo con el procedimiento descrito en la norma COVENIN 1240.

NOTA 1: La muestra de ensayo secada, debe ser utilizada en el mismo día para evitar la reabsorción de humedad.

7.3 Peso de muestra

Se pesa una cantidad de muestra de masa igual al valor indicado en la Tabla 2, especificada de acuerdo con el contenido probable de sílice en el material. Las pesadas se realizan con una aproximación de ± 0,2 mg. Se registra este peso como m.

UNIDAD DE MEDIDA	SÍMBOLO	DESIGNACIÓN
g	m	PESO DE MUESTRA
l	v	VOLUMEN

Tabla 2. Peso de la muestra

CONTENIDO DE SiO₂ (% p/p)	MASA DE MATERIAL A PESAR (g)
SiO ₂ < 10	1,00
SiO ₂ ≥ 10	0,50

7.4 Descomposición de la muestra

7.4.1 Se debe transferir cuantitativamente la muestra pesada a un vaso de precipitado de capacidad adecuada y agregar 25 ml de ácido clorhídrico. Luego se cubre el vaso de precipitado con un vidrio reloj y se calienta suavemente, evitando la ebullición, hasta que la descomposición sea completa.

NOTA 2: Si se usa 1,00 g de muestra, puede ser necesario agregar más ácido clorhídrico.

7.4.2 Se agrega 1 ml de ácido nítrico, manteniendo el calentamiento hasta sequedad y luego se añaden 15 ml de ácido perclórico (añadir 1 ml de ácido sulfúrico para el caso de materiales con contenido de titanio mayor de 0,5 % (p/p), para prevenir la precipitación del mismo). Se debe mantener el calentamiento hasta que cese el desprendimiento de humos blancos del perclórico, evitando la evaporación a sequedad.

7.4.3 Se deja enfriar y se agregan 50 ml de agua; se calienta suavemente para disolver las sales, se lava el vidrio reloj y las paredes del vaso, filtrando luego a través de un papel filtro de porosidad media y recogiendo el filtrado en un vaso de precipitado de 400 ml.

NOTA 3: Para la obtención de residuos provenientes de calcinación, debe utilizarse papel de filtro cuantitativo, libre de cenizas.

7.4.4 Lavar con agua caliente las paredes y el fondo del vaso, arrastrando, con la ayuda de un policia, todas las partículas adheridas.

7.4.5 Se lava, alternadamente, el residuo con 4 porciones de ácido clorhídrico diluido caliente y finalmente con agua caliente, hasta que este libre de acidez.

NOTA 4: El hecho de no eliminar todo el ácido perclórico podría causar explosión y pérdida de sílice.

NOTA 5: El filtrado y los lavados pueden reservarse para la determinación de otros elementos de interés, tales como alúmina, calcio, fósforo, magnesio, manganeso y titanio. Para ello se añaden 10 ml de metavanadato de amonio (NH₄VO₃ = 2,35 g/litro) después del punto 7.4.2, luego se calienta hasta comenzar la ebullición, se enfría y se filtra la solución a través de un papel de filtro de porosidad media, se recoge el filtrado en un balón aforado de 100 ml, y se continúa como lo indica el punto 7.4.4.

7.4.6 Se coloca el papel de filtro con el residuo en un crisol de platino y se incinera con la ayuda de un mechero o colocándola en la parte exterior de la mufla, parcialmente abierta; posteriormente se calcina en la mufla entre 900 °C y 1000 °C durante 30 a 60 minutos.

NOTA 6: Para materiales cuyo contenido de sílice soluble sea inferior a 0,02 % se debe continuar de acuerdo con el punto 7.5.4.

7.4.7 Dejar enfriar el crisol y se añaden de 2 a 4 g de carbonato de sodio anhidro (u otro fundente apropiado), se mezcla bien y se coloca en la mufla entre 900°C y 1000 °C hasta que la fusión sea completa.

7.4.8 Se deja enfriar el crisol y se coloca luego dentro de un vaso de precipitado de 600 ml que contenga 50 ml de agua y 10 ml de ácido clorhídrico, para disolver el fundido. Se añaden 30 ml de ácido perclórico, se remueve el crisol del vaso y se lava con ácido clorhídrico y agua. Cualquier resto de masa fundida se arrastra con la ayuda de un policia. Se cubre el vaso de precipitado con un vidrio de reloj y se calienta suavemente para disolver los productos de la fusión. Se Añaden 1 ml de ácido sulfúrico.

7.4.9 Se descubre parcialmente el vaso de precipitado y se calienta hasta la aparición de humos blancos de ácido perclórico. Se mantiene el calentamiento hasta que todo el ácido perclórico se evapore, pero evitando la evaporación a sequedad.

NOTA 7: Generalmente bastan 30 ml de ácido perclórico, pero, si fuese necesario, puede agregarse una cantidad mayor mientras se desprendan humos blanco.

NOTA 8: Si la muestra contiene mucho manganeso, éste puede precipitar durante la evaporación del ácido perclórico. El bióxido de manganeso precipitado (MnO_2) puede redisolverse rápidamente agregando unos cristales de nitrito de sodio ($NaNO_2$).

7.4.10 Se deja asentar el precipitado por algunos minutos, entonces se lavan las paredes del vaso de precipitado con aproximadamente 30 ml de agua. Se continúa de acuerdo con el punto 7.5.

7.5 Tratamiento de la sílice

7.5.1 Se filtra la solución que contiene la sílice impura a través de un papel de filtro de poro fino que contenga pequeños trozos de papel de filtro o pulpa de papel. Se lava el vaso de precipitado con agua y se arrastra cualquier residuo con ayuda de un policia.

7.5.2 Se debe lavar el residuo con ácido clorhídrico diluido caliente y luego con agua caliente, hasta la completa eliminación de la acidez. Se descarta el filtrado y los lavados.

7.5.3 Colocar el papel de filtro con el residuo dentro de un crisol de platino; calentar suavemente hasta sequedad, incinerar a baja temperatura hasta que el papel de filtro se carbonice y luego, se coloca en una mufla a $1000\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ durante 40 minutos.

7.5.4 Dejar enfriar en un desecador y pesar la sílice impura, con una aproximación de $\pm 0,2\text{ mg}$. Se registra este peso como m_1 .

7.5.5 Se humedece el residuo con unas gotas de agua, se agregan 5 gotas de ácido sulfúrico y, de acuerdo con el contenido de sílice, entre 5 a 15 ml de ácido fluorhídrico. Se calienta lentamente, hasta humos blancos, para remover la sílice y el ácido sulfúrico. Se agrega más ácido fluorhídrico si es necesario. Finalmente se calcina en la mufla, a una temperatura de $1000\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$, durante 15 minutos.

7.5.6 Se enfría en un desecador y se pesan las impurezas con una aproximación de 0,2 mg. Se repite la operación de calcinación y pesada, hasta obtener peso constante. Se registra este peso como m_2 .

7.6 Prueba de verificación

Se efectúa una prueba de verificación utilizando un material de referencia certificado, del mismo tipo de material usado, siguiendo todas las etapas del procedimiento y utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos, para asegurar que no hay cambios significativos en el procedimiento analítico utilizado.

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

El contenido de sílice, expresado como % (p/p), es calculado mediante la siguiente ecuación:

$$\%SiO_2 = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \times 100$$

% SiO_2 es el contenido porcentual de sílice.

m_1 : es el peso de muestra, en gramos, del crisol de platino contentivo de sílice impura,

m_2 : es el peso de muestra, en gramos, del crisol de platino contentivo de impurezas,

m : es el peso de muestra usado, expresado en gramos.

9 INFORME

El informe debe incluir como mínimo lo siguiente:

9.1 Ensayo según la Norma Venezolana COVENIN 1228.

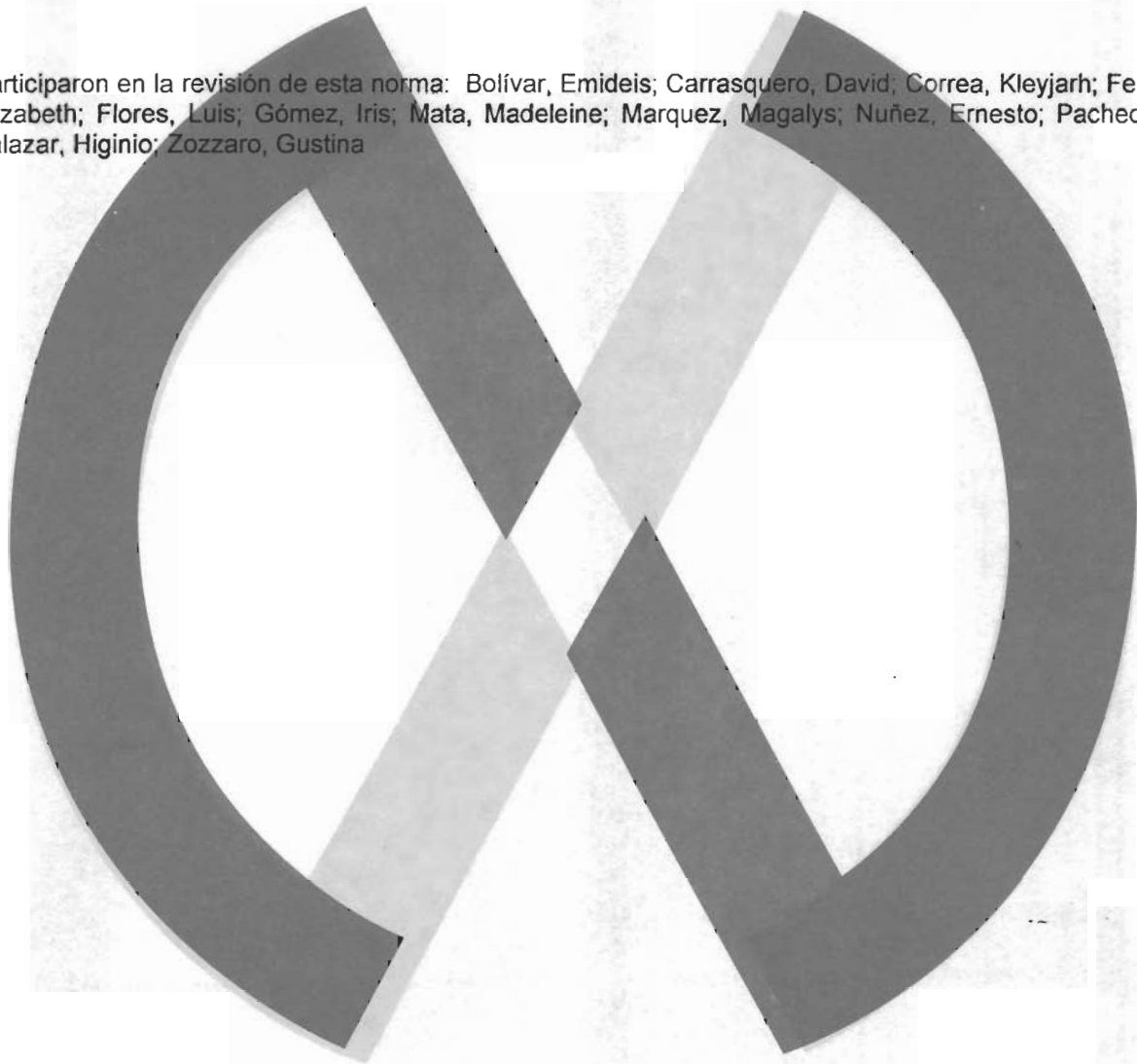
9.2 Fecha de realización del ensayo.

- 2.12 Resultados del ensayo.
- 2.13 Observaciones.
- 2.14 Nombre del Analista.

BIBLIOGRAFÍA

ISO 2598-1:92 "Iron ores. Determination of silicon content. Part 1: Gravimetric methods.

Participaron en la revisión de esta norma: Bolívar, Emideis; Carrasquero, David; Correa, Kleyjarh; Fernández, Elizabeth; Flores, Luis; Gómez, Iris; Mata, Madeleine; Marquez, Magalys; Nuñez, Ernesto; Pacheco, Felix; Salazar, Higinio; Zozzaro, Gustina



COVENIN
1228-1:2000

CATEGORÍA
B

FONDONORMA

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS



publicación de: FONDONORMA

I.C.S: 73.060.10

ISBN: 980-06-2177-6

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier
medio.

Descriptores: Mineral de hierro, método de ensayo, determinación de sílice,
gravimetría.