

CDU
543.25:546.41.46

COVENIN
1230-78

MINISTERIO DE FOMENTO



**COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES**

NORMA VENEZOLANA

**MINERALES DE HIERRO.
DETERMINACION DE
CALCIO Y DE MAGNESIO.
METODO COMPLEXOMETRICO**

CDU

543.25:546.41.46

COVENIN

1230-78

NORMA VENEZOLANA
MINERALES DE HIERRO
DETERMINACION DE CALCIO Y DE MAGNESIO.
METODO COMPLEXOMETRICO

TRAMITE:

COMITE : CT7 MATERIALES FERROSOS
PRESIDENTE : DR. HENRY KANNEE
SECRETARIO : ING^o IYANU HOSTOS B.
SUBCOMITE : CT7/SC8 METODOS DE ENSAYOS QUIMICOS
COORDINADOR: ASIS. ERNESTO AGUIRRE U.

PARTICIPANTES

| | |
|-----------------------------------|------------------|
| INVESTI | EZEQUIEL DIAZ |
| FERRMINERA DEL ORINOCO | RAFAEL LEOMBRUNO |
| SIDOR | JUAN ARNAIZ |
| MIN. MINAS E HIDROCARBUROS | ALONSO PRATO |
| VICSON S.A. | RUSBER ORTEGA |
| UNIVERSIDAD CATOLICA ANDRES BELLO | SAUL CORREA |
| GENERAL MOTORS | JAIME GIRAUD |
| SIVENSA | HORACIO MENDEZ |

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE : 18-07-78

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 10-10-78

NORMA VENEZOLANA

COVENIN

MINERALES DE HIERRO

DETERMINACION DE CALCIO Y DE MAGNESIO, METODO COMPLEXOMETRICO 1230

1 ALCANCE

Esta Norma contempla el método complexométrico para la determinación de calcio y magnesio en minerales de hierro, aglomerados, briquetas, escorias, pellas y productos pre-reducidos.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

- COVENIN 834-75 : Método de obtención de muestras para la determinación de su composición química.
- COVENIN 1240 : Minerales de hierro. Determinación de la humedad.
- COVENIN 1231 : Reactivos y medidas de seguridad durante el análisis químico.

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

El método descrito en la presente norma se basa en lo siguiente: se ataca la muestra con ácido clorhídrico y se filtra; en el filtrado se precipitan los R_2O_3 , los cuales se filtran nuevamente y en el filtrado se determinan por separado los iones Ca^{++} y Mg^{++} utilizando solución de EDTA (versamato).

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

Se requiere los aparatos usuales de laboratorio químico.

4.2 REACTIVOS

4.2.1 Acido clorhídrico (HCl)

- 4.2.2 Acido Nítrico (HNO_3)
- 4.2.3 Piro sulfato de potasio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$)
- 4.2.4 Cloruro de amonio (NH_4Cl)
- 4.2.5 Hidróxido de amonio (NH_4OH)
- 4.2.6 Hidróxido de amonio diluído (NH_4OH ; 1:20)

4.2.7 Solución de hidróxido de sodio al 50%

4.2.8 Calceína al 1% en cloruro de sodio

Se prepara mezclando íntimamente la calceína y el cloruro de sodio en un mortero de agata.

4.2.9 Solución 0,02M EDTA

La solución se prepara pesando $7,445 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de EDTA, se disuelve en agua y se transfiere a un matraz aforado de 1.000 ml; se agrega agua, se mezcla y se enrasa.

4.2.10 Solución amortiguadora de cloruro de amonio (NH_4Cl ; 54 g/l).

Es un matraz aforado de 1.000 ml, se disuelven 54 g de NH_4Cl en 200 ml de agua; se agregan 350 ml de NH_4OH , se mezcla bien y se completa con agua a 1.000 ml.

4.2.11 Negro de Eriocromo - T al 1% en cloruro de sodio.

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consistirá en una muestra obtenida tal como se indica en la Norma Venezolana COVENIN 1257-78.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Deberán realizarse tres determinaciones como mínimo dentro de las desviaciones relativas máximas permisibles.

6.2 La muestra debe pulverizarse hasta que pase el tamiz 149 μm .

6.2.1 Algunos minerales, tales como la hematita especular, puede requerir que se pulverice hasta que el material pase por el tamiz de

74 μ m.

6.3 Se pesa al 0,1 mg aproximadamente 1 g de muestra; se procede a la separación de la sílice y de la alúmina. Los filtrados y lavados se reciben en un matraz aforado de 250 ml y se completa el volúmen con agua, agitando bien para homogenizarlos.

6.4 Del filtrado se toman 2 porciones de 100 ml cada una, que se vierten en dos vasos de 250 ml. En una de ellas se determina calcio y en la otra magnesio.

6.4.1 Tanto en la determinación del calcio como en la de magnesio de be hacerse un blanco y restar los volúmenes de EDTA que se consuman en dicha prueba a los valores V1 y V2 según el blanco.

6.5 DETERMINACION DEL CALCIO

6.5.1 A uno de los vasos se le agregan solución de hidróxido de sodio (4.2.7) hasta conseguir PH 12-13; llegado a ese punto se le agrega 0,100 g de la mezcla del indicador de calceína.

6.5.2 Se titula el contenido de calcio presente con solución EDTA de flourescente. Se anota este volumen como V1.

6.6 DETERMINACION DE MAGNESIO

6.6.1 Al otro de los vasos, se le agrega la cantidad suficiente de solución amortiguadora de cloruro de amonio (4.2.10) hasta alcanzar PH10; una vez obtenido, se agregan 0,5 g de la mezcla del indicador Negro de Eriocromo-T (4.2.11) y se titula el contenido de magnesio presente con solución EDTA (4.1.9) hasta virage del rosa-violeta a azul intenso, se anota el volumen V₂ como el volumen que se consume para determinar calcio mas magnesio.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 Se calcula el porcentaje de calcio, mediante la fórmula siguiente:
te:

$$\% \text{ Ca} = \frac{V_1 \times T_1 \times 100}{g}$$

Donde:

% Ca = contenido de calcio, en porcentaje

V₁ = volumen de solución EDTA (6.4.2), en ml

T₁ = título del EDTA para calcio (gCa/ml)

g = masa de la muestra en g

7.2 Se calcula el contenido de magnesio, en porcentaje, mediante la fórmula siguiente:

$$\% \text{ Mg} = \frac{(V_2 - V_1) \times T_2 \times 100}{g}$$

Donde:

% Mg = contenido de magnesio, en porcentaje sobre base seca

V₁ = volumen de la solución EDTA (6.4.2) en ml

V₂ = volumen de la solución EDTA (6.5.1) en ml

T₂ = título de la solución EDTA para magnesio ($\frac{g \text{ Mg}}{\text{ml}}$)

7.3 Conversión de los óxidos respectivos:

La solución EDTA (4.2.10) puede estar normalizada para que dé un resultado directo de óxido correspondiente; en caso que la normalidad de la solución permita obtener el resultado considerando solo el catión, el contenido de óxido se calculará aplicando los factores siguientes:

a) % CaO = 1,3993 x % Ca

b) % MgO = 1,6579 x % Mg

8 INFORME

8.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN N°

8.2 Fecha en la cual se realizó el ensayo

8.3 Identificación de la muestra

8.4 Resultados del ensayo

8.5 Observaciones

8.6 Nombre del analista

9 RELACION CON OTRAS NORMAS

9.1 COPANT 2:7-035 (Comisión Panamericana de Normas Técnicas)

**COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO**

**Edif. Fundación La Salle , 5° piso , Av. Boyacá (Cota Mil)
CARACAS**

publicación de:



FONDCONORMA