

**MINISTERIO DE FOMENTO**



**COMISION VENEZOLANA  
DE NORMAS INDUSTRIALES**

**NORMA VENEZOLANA**

**MINERALES DE HIERRO.  
DETERMINACION DE TITANIO.  
METODO COLORIMETRICO.**

CDU  
622.341.1:543

COVENIN

1232-78

NORMA VENEZOLANA  
MINERALES DE HIERRO  
DETERMINACION DE TITANIO  
METODO COLORIMETRICO.

TRAMITE:

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

P A R T I C I P A N T E S

INVESTI	EZEQUIEL DIAZ
FERROMINERA 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  
MINERALES DE HIERRO  
DETERMINACION DE TITANIO  
METODO COLORIMETRICO

COVENIN  
1232-78

1 ALCANCE

1.1 Esta Norma contempla el método colorimétrico para determinar el titanio en minerales de hierro, así como en concentrados, pellas, sinter, briquetas, productos de calcinación, aglomerados y productos pre-reducidos.

1.2 Esta norma COVENIN se aplica a los productos señalados en 1.1, con contenido de vanadio inferior a 0,01%.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 1257-78: Método de preparación de muestras para la determinación de su composición química.

COVENIN 1231-78: Reactivos y medidas de seguridad durante el análisis químico.

3 PRINCIPIO DE ENSAYO

El método descrito en la presente norma consiste en formar un compuesto coloreado de titanio por reacción con peróxido de hidrógeno en medio ácido, se determina la concentración de titanio colorimétricamente.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

4.1.1 Se requieren los aparatos usuales de laboratorio químico

COVENIN

1257-78

NORMA VENEZOLANA  
MINERALES DE HIERRO  
DETERMINACION DE TITANIO  
METODO COLORIMETRICO

- 4.1.2 Espectrofotómetro.
- 4.2 **REACTIVOS**
- 4.2.1 Oxido de titanio.
- 4.2.2 **Pirosulfato de potasio.**
- 4.2.3 **Acido sulfúrico.**
- 4.2.4 Acido sulfúrico diluído (1:4).
- 4.2.5 **Acido clorhídrico.**
- 4.2.6 Acido nítrico.
- 4.2.7 Acido sulfúrico diluido (1:1).
- 4.2.8 Acido fluorhídrico.
- 4.2.9 Acido orto fosfórico.
- 4.2.10 Agua oxigenada (3%).

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 por el tamiz de 149  $\mu$ m.
- 6.2.1 Algunos minerales tales como la hematita especular, pueden

requerir que se pulvericen hasta que pasen por el tamíz de 74  $\mu$ m.

6.3 Se efectúa una prueba en blanco siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos y en ningún momento se corrigen los valores.

6.4 Se pesa al 0,1 mg aproximadamente 1g de muestra; dependiendo de la concentración del titánio en la muestra, el peso a tomar queda a criterio del analista y se coloca en un vaso de 250 ml; se agregan 25 ml de ácido clorhídrico y se calienta hasta consistencia siruposa.

6.5 En seguida se agregan 5 ml de ácido nítrico y se calienta hasta la ausencia de vapores nitrosos. Se enfría y se agregan 10 ml de ácido sulfúrico (4.2.7) se calienta hasta humos blancos densos.

6.6 Se enfría y se agregan 50 ml de agua, llevándose a ebullición durante 5 minutos.

6.7 Se filtra en papel de filtro de porosidad media, recibiendo el filtrado en un matraz aforado de 250 ml. Se lava bien el residuo con ácido sulfúrico (4.2.7), en seguida con agua caliente y se reserva el filtrado.

6.8 Se transfiere el papel y el residuo a un crisol de platino; se carboniza el papel y se calcina a (800°C).

6.9 Se enfría el residuo y se humedece con unas gotas de agua, se agregan 6 gotas de ácido sulfúrico (4.2.7) y 5 ml de ácido fluorhídrico. Se evapora a humos blancos, repitiéndose el proceso si es necesario.

6.10 Se enfría, se agregan 3 g de piro sulfato de potasio y se funde. Se agita suavemente el crisol, hasta obtener una masa fundida perfectamente clara.

6.11 Se enfría el crisol y se transfiere a un vaso de 250 ml; se agregan 100 ml de agua caliente, 5 ml de ácido sulfúrico (4.2.7) y se hierve para disolver la masa fundida.

6.12 Se lava el crisol, se retira y se transfiere la solución perfectamente clara en el matraz que contenga el filtrado (6.7).

6.13 Se enfría hasta temperatura ambiente, se agrega agua hasta completar el volumen y se homogeniza.

6.14 Se toma una alícuota según la concentración de  $TiO_2$  en la muestra, se transfiere a un matraz aforado de 100 ml, se agregan 5 ml de ácido orto fosfórico y 5 ml de agua oxigenada (4.2.10). Se enrasa.

6.15 Se mide la transmitancia a 430 nm.

## 7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El contenido de  $TiO_2$ , en porcentaje, se obtiene a partir de la curva patrón, multiplicando los valores de la curva por el factor de dilución. (ver anexo).

## 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.

ANEXO 10

9 RELACION CON OTRAS NORMAS

9.1 COPANT 2:7-042 (COMISION PANAMERICANA DE NORMAS TECNICAS).

La cual se elabora según el siguiente procedimiento:

10.1.1 Solución patrón de titanio. Se pesa con precisión de 0,1 mg aproximadamente 0,2 g de  $TiO_2$  y se coloca en un crisol de platino; se funde con pirólisis de potasio hasta obtener una masa fundida clara.

10.1.2 Se enfría el crisol, se transfiere a un vaso de 250 ml y se agregan 100 ml de ácido sulfúrico (4.2.4) y se calienta suavemente para disolver la masa fundida. Se retira el crisol y se lava.

10.1.3 Se transfiere la solución cuantitativamente a un matraz aforado de 1000 ml. Se completa el volumen con agua y se homogeniza.

10.1.4 A partir de esta solución se prepara la curva patrón midiendo volúmenes exactos que correspondan a los porcentajes requeridos para construir la curva, los que se colocan en sencillos matraces aforados de 100 ml. Se agregan las mismas cantidades de reactivos del proceso. Se enfría y se homogeniza la solución.

10.1.5 Se mide la transmitancia a 430 nm de cada una de las soluciones preparadas según (10.1.4) la transmitancia deberá estar de 10% a 20% y se elabora la curva de absorbancia contra el contenido de  $TiO_2$  (%), lo cual sirve para calcular los porcentajes de



10 ANEXO

RELACION CON OTRAS NORMAS

10.1 Para la conversión de la lectura de absorbancia de la solución a contenido de  $TiO_2$  en % se debe hacer uso de la curva patrón la cual se elabora según el siguiente procedimiento:

10.1.1 Solución patrón de titanio. Se pesa con precisión de 0,1 mg aproximadamente 0,5 g de  $TiO_2$  y se coloca en un crisol de porcelana; se funde con piro-sulfato de potasio hasta obtener una masa fundida clara.

10.1.2 Se enfría el crisol, se transfiere a un vaso de 250 ml y se agregan 100 ml de ácido sulfúrico (4.2.4) y se calienta suavemente para disolver la masa fundida. Se retira el crisol y se lava.

10.1.3 Se transfiere la solución cuantitativamente a un matraz aforado de 1000 ml. Se completa el volumen con agua y se homogeniza.

10.1.4 A partir de esta solución se prepara la curva patrón midiendo volúmenes exactos que correspondan a los porcentajes requeridos para construir la curva, los que se colocan en sendos matraces aforados de 100 ml, a cada matraz se le agregan las mismas cantidades de reactivos del proceso. Se enrasa y se homogeniza la solución.

10.1.5 Se mide la transmitancia a 430 nm de cada una de las soluciones preparadas según (10.1.4) la transmitancia deberá pasarse a absorbancia y se debuja la curva de absorbancia contra contenido de  $TiO_2$  (%), lo cual sirve para calcular los porcentajes de  $TiO_2$ .

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES  
MINISTERIO DE FOMENTO  
Edif. Fundación La Salle, 5º piso, Av Boyacá (Cota Mil)  
CARACAS

**publicación de:**



**FONDONORMA**