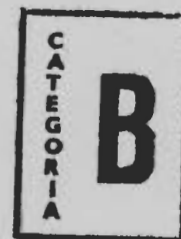


CDU
662.341.1:543:21.546.22

COVENIN
1239-78

MINISTERIO DE FOMENTO



**COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES**

NORMA VENEZOLANA

**MINERALES DE HIERRO.
METODO GRAVIMETRICO PARA
LA DETERMINACION DEL AZUFRE**

C D U
662.341.1:543:21.546.22

COVENIN

1239

NORMA VENEZOLANA
MINERALES DE HIERRO
METODO GRAVIMETRICO PARA LA DETER-
MINACION DEL AZUFRE

TRAMITE:

COMITE : CT7 MATERIALES FERROSOS

PRESIDENTE : DR. HENRY KANNEE

SECRETARIO : ING. IYANU HOSTOS B.

SUBCOMITE: CT7/SC8 METODOS DE ENSAYOS QUIMICOS

COORDINADOR: ASIS. ERNESTO AGUIRRE U.

PARTICIPANTES

INVESTI

FERROMINERA DEL ORINOCO

SIDOR

MIN. MINAS E HIDROCARBUROS

VICSON S.A.

UNIVERSIDAD CATOLICA ANDRES BELLO

GENERAL MOTORS

SIVENSA

EZEQUIEL DIAZ

RAFAEL LEOMBRUNO

JUAN ARNAIZ

ALONSO PRATO

RUSBER ORTEGA

SAUL CORREA

JAIME GIRAUD

HORACIO MENDEZ

DISCUSION PUBLICA : FECHA DE ENVIO : 29-4-77

DURACION : 45 DIAS

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE : 6-3-78

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 27/06/78

NORMA VENEZOLANA
MINERALES DE HIERRO
METODO GRAVIMETRICO PARA LA
DETERMINACION DE AZUFRE.

COVENIN

1239

1 ALCANCE

Esta Norma contempla el método para la determinación gravimétrica de azufre en minerales de hierro. Queda limitado para aquellos minerales con un contenido de azufre mayor del 0,1%.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

- COVENIN 1257 : Método de obtención de muestras de minerales de hierro 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 de materiales.
- COVENIN 254 : Cedazos de ensayo.

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

El método descrito en la presente norma consiste en disolver la muestra en una mezcla ácida oxidante, reducir el hierro utilizado cinc metálico, filtrar y precipitar el azufre como sulfato de bario. El precipitado es filtrado, calcinado y pesado.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

Se requieren los aparatos usuales de laboratorio.

4.2 REACTIVOS

4.2.1 Acido clorhídrico. HCl

- 4.2.2 Solución de cloruro de bario, 100 g/l.
- 4.2.3 Solución ácida de cloruro de bario para lavado.
Se prepara con 10 ml de solución de cloruro de bario (4.2.2) y 10 ml de ácido clorhídrico (4.2.1) completando con agua a un litro.
- 4.2.4 Acido nítrico HNO_3
- 4.2.5 Acido perclórico HClO_4
- 4.2.6 Acido clorhídrico (2:98). HCl
- 4.2.7 Acido clorhídrico (1:9). HCl
- 4.2.8 Cinc en polvo, tamiz 841 μm .
- 4.2.9 Solución de bromo en tetra cloruro de carbono (1:2).

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consiste en una muestra obtenida tal como se indica en la Norma COVENIN 1257.

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1 Se pulveriza la muestra hasta que el material pase por el tamiz 149 μm . Algunos minerales tales como la hematita especular pueden requerir que se pulverice hasta que el material pase por el tamiz 74 μm .
- 6.2 Se efectúa una prueba en blanco siguiendo el mismo procedimiento y utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos.
- 6.3 Se pesa con aproximación al 0,1 mg una cantidad de muestra igual al valor que se indica en la tabla I que se presenta a continuación, especificado en función del contenido probable de azufre del material.

TABLA I

Contenido de azufre probable, S en %.		Masa de la muestra, m, en g.
0,1	S	0,1
0,5	S	0,5
2,0	S	2,0
	S	5,0

6.4 Se transfiere cuantitativamente la muestra (ver tabla I) a un vaso de precipitado de 600 ml, se agregan 50 ml de ácido nítrico (4.2.4) y se calienta suavemente durante 30 min, se agregan 60 ml de ácido perclórico (4.2.5) y se lleva a humos durante 15 min. Se enfría, se enjuagan las paredes y cubierta del vaso y se lleva nuevamente a humos durante 10 min.

6.5 Se enfría, se agregan 50 ml de ácido clorhídrico (1:9), 5 g de cinc en polvo, se cubre con un vidrio de reloj, dejando (bajo calentamiento suave, hasta reducción total de hierro. (decoloración del ion férrico) se filtra en papel de filtro de porosidad media, recibiendo la solución en un vaso de precipitado de 400 ml y lavándose varias veces con ácido clorhídrico (4.2.6) caliente.

Nota:

Dependiendo del tipo de mineral pueden usarse otros métodos para el ataque de la muestra (disgregación con peróxido, carbono, etc).

6.6 Se diluye a 250 ml, se lleva a ebullición y se agregan 10 ml de solución de cloruro de bario (4.2.2) gota a gota y con agitación constante.

6.7 Se deja sedimentar el precipitado de sulfato de bario de un día para otro, se filtra en un papel de filtro de porosidad fina, se lava el precipitado con solución ácida de cloruro de bario caliente (4.2.2) hasta ausencia de hierro y después con agua caliente hasta ausencia de cloruro.

6.8 El papel de filtro con el precipitado se coloca en un crisol de porcelana previamente llevado a peso constante, se seca en una estufa. La calcinación final del sulfato de bario debe efectuarse en una mufla a una temperatura entre 600 y 800°C. Puede emplearse un crisol filtrante de vidrio o de porcelana porosa.

Nota:

El precipitado puede reducirse fácilmente a sulfuro a temperaturas superiores a 600 °C por acción del carbón, del papel de filtro:



para evitar la reducción, se carboniza primero el papel sin que llegue a arder, y después se quema lentamente el carbón a baja temperatura, con libre acceso de aire. Si el precipitado se ha reducido parcialmente a sulfuro (coloración amarillenta y no blanca que es la natural) se puede transformar nuevamente a sulfato de bario tratándolo con ácido sulfúrico, eliminando el exceso de ácido, por evaporación y volviendo a calcinar.

6.9 Se enfría el crisol en un desecador y se pesa junto con el precipitado. Se anota la masa y se obtiene la diferencia en relación al crisol vacío. Se registra esta masa como m_1 y se toma como m_2 el resultado de la prueba en blanco.

6.9.1 Se realizan tres determinaciones como mínimo dentro de las desviaciones máximas permisibles.

Se calcula el porcentaje de azufre sobre base seca como sigue:

$$\% S = \frac{(m_1 - m_2) \times 13,74}{g}$$

- m_1 = masa del precipitado de sulfato de bario obtenido de la muestra, en g.
 m_2 = masa del precipitado de sulfato de bario obtenido en la prueba en blanco, en g.
 m = masa de la muestra, en g.

8 INFORME

- 8.1 Ensayo realizado según la Norma VENEZOLANA COVENIN Nº
- 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.

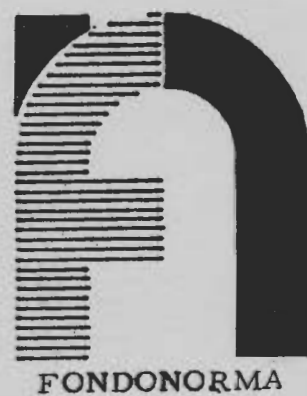
9 RELACION CON OTRAS NORMAS

- 9.1 COPANT : 27-037 (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:



FONDONORMA