

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1242:2001**

**MINERALES DE HIERRO
Y PRODUCTOS SIDERÚRGICOS.
DETERMINACIÓN DEL ÓXIDO
FERROSO. MÉTODO DE TITULACIÓN
CON DICROMATO DE POTASIO**

(1^{ra} Revisión)



PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN 1242-78 **Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Determinación del óxido ferroso. Método de titulación con dicromato de potasio**, 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° 2001-11 de fecha 28/11/2001.

En la revisión de esta Norma participaron las siguientes entidades: Ferrominera Orinoco; Siderúrgica del Orinoco (SIDOR); Siderúrgica del Turbio (SIDETUR); VENPRECAR; TOPPCA; Orinoco Iron; POSVEN e IVES..

NORMA VENEZOLANA
MINERALES DE HIERRO Y PRODUCTOS
SIDERÚRGICOS. DETERMINACIÓN DEL
ÓXIDO FERROSO. MÉTODO DE TITULACIÓN
CON DICROMATO DE POTASIO

COVENIN
1242:2001
(1^{ra} Revisión)

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana establece el método para determinar el contenido de óxido ferroso en minerales de hierro y productos siderúrgicos, con un contenido de óxido ferroso mayor de 0,05% (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 en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas.

COVENIN 1237:2001	Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Determinación del hierro total. Método de reducción con cloruro estannoso y titulación con dicromato de potasio.
COVENIN 1240:2000	Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Determinación de la humedad higroscópica en muestras para análisis químicos.
COVENIN 1245:2000	Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Determinación del hierro metálico. Método del cloruro férrico.
COVENIN 3616:2000 (ISO 10835)	Minerales de hierro y productos siderúrgico. Hierro de Reducción Directa. Muestreo y preparación de muestras. Métodos manuales para pellas y HRD.
COVENIN 3617:2000 (ISO 3082)	Minerales de hierro y productos siderúrgico. Métodos de muestreo y preparación de muestras
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 se aplican las definiciones indicadas en la norma COVENIN 3482-1 y la siguiente:

3.1 Hierro(II), como Oxido Ferroso (FeO)

Es todo el hierro de valencia +2, asociado al oxígeno presente en una muestra, su combinación con el oxígeno forma el óxido ferroso.

4 SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

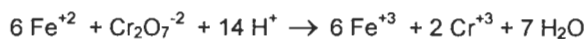
Los símbolos y abreviaturas utilizados en esta norma, son mostrados en la Tabla 1.

Tabla 1. Símbolos y abreviaturas

Designación	Símbolo	Unidad de medida
Oxido Ferroso	FeO	% (p/p)
Normalidad	N	eq/L; meq/ml
Peso de muestra	m	g
Volumen	V	L; ml

5 RESUMEN DEL ENSAYO

5.1 El método descrito en esta norma se basa en un proceso de **óxido/reducción**, en el cual a la muestra una vez disuelta en ácido clorhídrico y en atmósfera inerte, se la agrega una mezcla de ácidos sulfúrico y fosfórico. Seguidamente se titula el **ión ferroso con una solución estandarizada de dicromato de potasio**, usando difenilamina sulfonato de sodio como indicador.



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 lo suficientemente puros como para permitir su uso sin disminuir la exactitud de la determinación.

Se debe revisar el contenido de óxido ferroso en los reactivos utilizados, de ser necesario conocer el aporte de estos, se realiza una prueba en blanco, siguiendo todas las etapas del procedimiento, utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos haciendo las correcciones apropiadas.

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

6.2.1 Ácido clorhídrico (HCl), concentrado.

6.2.2 Ácido clorhídrico, diluido (1:1).

6.2.3 Ácido sulfúrico (H₂SO₄), concentrado

6.2.4 Acido fosfórico, concentrado.

6.2.5 Suministro de un flujo constante de gas inerte (CO₂ u otro gas)

6.2.6 Mezcla ácida sulfo-fosfórica

En un envase de 1 L que contenga 300 ml de agua destilada, se vierte cuidadosamente y mientras se agita, 150 ml de ácido fosfórico concentrado, luego se enfría en un baño de agua. Después se añaden 150 ml de sulfúrico concentrado lentamente y posteriormente se diluye con agua hasta 1 L.

6.2.7 Difenilaminasulfonato de sodio (C₆H₅NHC₆H₄SO₃Na), solución acuosa al 0,2 % (p/v).

Se disuelven 0,20 g de difenilaminasulfonato de sodio en 100 ml de agua. Se guarda la solución en un envase ámbar.

NOTA 1: También puede utilizarse una solución de difenilaminasulfonato de bario, en este caso se disuelve 0,32 g de difenilaminasulfonato de bario en 100 ml de agua. Se añaden 0,5 g de sulfato de sodio, se agita y se filtra a través de un papel de filtro para remover el sulfato de bario. Se guarda la solución en un envase ámbar.

6.2.8 Dicromato de potasio (K₂Cr₂O₇), solución estándar de concentración 0,0100 N.

Se pulverizan cerca de 4 g de dicromato de potasio estándar en un mortero, se secan en un horno con recirculación de aire, a (145± 5)°C durante 2 h, se enfría a temperatura ambiente en un desecador. Luego se pesan 0,4904 g de la muestra seca y pulverizada, con una precisión de 0.0001g, se disuelven en agua y se trasvasa a un balón aforado, se diluye la solución con agua hasta exactamente un volumen de 1 L.

6.2.8.1 Estandarización del Dicromato de Potasio.

Se debe utilizar preferiblemente un material de referencia certificado y aplicar la norma a partir del punto 7.3, se realizan por lo menos tres réplicas, para hallar un valor promedio del factor de la solución, el cual posteriormente será utilizado en la ecuación, para la determinación del % FeO.

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 y preparada de acuerdo con la norma COVENIN 3616 (ISO 10835) o la norma COVENIN 3617 (ISO 3082).

NOTA 2: Algunos minerales como la hemátita especular, pueden requerir que se pulverice hasta un tamaño de partícula menor a 75 µm.

NOTA 3: Para algunos materiales y minerales con alto contenido de metálicos (escoria, finos,) es necesario hacer una separación magnética del metálico para luego realizar el ensayo.

7.2 Secado de la muestra

En caso de ser necesario se debe secar la muestra antes de realizar la determinación y continuar el procedimiento descrito en la norma COVENIN 1240.

7.3 Peso de muestra

Se pesa entre 0,5000 y 1,0000 g con una aproximación de ± 0,2 mg y se transfiere cuantitativamente a una fiola de capacidad de 500 ml.

7.4 Descomposición de la muestra

7.4.1 Un recipiente adecuado o fiola, que contiene la muestra de ensayo, se tapa con un tapón bihoradado y se expulsa el aire del interior del matraz con un flujo controlado de gas inerte (véase Nota 4), realizada esta operación se deben adicionar 50 ml de ácido clorhídrico diluido (1:1). Sin interrumpir la corriente de gas, se lleva el matraz a una temperatura no mayor de 80 °C, durante 45 minutos, para descomponer la muestra.

7.4.2 Una vez descompuesta la muestra, se enfría la solución en agua fría, manteniendo la corriente de gas inerte. Se interrumpe la corriente de gas y se adicionan 30 ml de la mezcla ácida sulfo-fosfórica (punto 6.2.6).

NOTA 4: Si no se dispone de un sistema de suministro de gas inerte, se puede proceder de la siguiente forma, para generar un flujo continuo de gas inerte: se introduce en una fiola de capacidad 500 ml, 12 g de carbonato o bicarbonato de calcio en contacto con ácido clorhídrico diluido, una vez que se genera la atmósfera inerte, se introduce la muestra (de acuerdo con el punto 7.3), se tapa la fiola con un vidrio de reloj y se calienta por un tiempo de 40 min. Posteriormente se debe seguir de acuerdo con el procedimiento descrito en el punto 7.5.

7.5 Titulación

Se diluye la solución hasta aproximadamente 300 ml, y se añaden 5 a 8 gotas de solución indicadora de difenilaminsulfonato de sodio, luego se titula con la solución de dicromato de potasio (véase punto 6.2.8.1). El punto final se obtiene cuando el color verde de la solución cambia hasta un verde azulado y una gota final del titulante le imparte un color violeta.

En caso de realizar una titulación potenciométrica, se diluye la solución hasta aproximadamente 300 ml y se titula con una solución de dicromato de potasio (véase punto 6.2.8.), utilizando un electrodo de platino. El punto final se obtiene cuando se detecta un diferencial de voltaje con la adición del titulante.

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

8.1 El contenido de óxido ferroso es expresado como % p/p, es calculado mediante la siguiente ecuación:

$$\% FeO = \frac{V \times N}{m} \times 0,07185 \times 100$$

Donde:

% FeO= Contenido porcentual de óxido ferroso en la muestra, expresado en % p/p.

V = Volumen de la solución de dicromato de potasio gastados en la titulación de la muestra, expresado en ml.

m = Peso de la muestra, expresada en g.

N = Normalidad de la solución valorada de dicromato de potasio, expresada en meq-g/ml.

NOTA 5: La siguiente ecuación es utilizada en la determinación del % FeO:

$$\% FeO = \frac{V \times F \times m_{MRC}}{m}$$

F = Representa el factor de la solución de dicromato de potasio y se determina aplicando la siguiente fórmula:

$$F = \frac{\% FeO \text{ del MRC}}{V_{MRC}}$$

% FeO del MRC = Porcentaje de FeO del Material de Referencia Certificado(MRC)

V_{MRC} = Volumen de dicromato de potasio, gastados al titular el **Material de Referencia Certificado, expresado en ml.**

m_(MRC) = **Peso del material de referencia certificado(MRC), expresado en g**

NOTA 6: Si se utiliza el mismo peso para la estandarización que para el análisis de la muestra "m" la ecuación tiene la siguiente forma:

$$\% FeO = V \times F$$

8.2 Determinación del ion férrico

La determinación del Fe⁺³ se efectúa indirectamente haciendo uso de los siguientes cálculos:

$$\% Fe^{+3} = Fe(T) - (\% Fe^0 + \% Fe^{+2})$$

Donde:

Fe(T) = Se determina de acuerdo con la norma COVENIN 1237

%Fe⁰ = Se determina de acuerdo con la norma GOVENIN 1245

NOTA 7: La veracidad del método analítico debe ser verificada con la aplicación de un material de referencia certificado(MRC) o patrones secundarios (en los cuales se ha determinado el valor de consenso), y establecer los rangos de aceptación para cada MRC o patrones secundarios de características similares.

9 INFORME

El informe debe incluir como mínimo lo siguiente:

9.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN 1242

9.2 Fecha en la que se realizó el ensayo.

9.3 Identificación de la muestra.

9.4 Resultados del ensayo.

9.5 Observaciones.

9.6 Nombre del Analista.

BIBLIOGRAFÍA

- ISO 2597-94 Iron ores - Determination of total iron content. Part 1:Titrimetric methods after tin (II) chloride reduction.
- ISO 2597-94 Iron ores - Determination of total iron content. Part 2:Titanium (III) chloride reduction methods.
- ASTM E1028 – 93 Total Iron in Iron Ores by the Dichromate-Free Titrimetric Method
- ASTM D3872-86 Standard test method for ferrous iron in iron oxides

Participaron en la revisión de esta norma: Bolívar, Emideis; Correa, Kleyjarh; Flores, Luis; Garcia Martha; Mata, Madeleine; Marquez, Magalys; Nuñez, Ernesto; Vera, Antonio.



**COVENIN
1242:2001**

**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: 980-06-2786-3

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptoros: Mineral de hierro, óxido de hierro, determinación de título, análisis químico, método por oxidación, método por reducción.