

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1245:1997**

**MINERALES DE HIERRO
Y PRODUCTOS
SIDERÚRGICOS.
DETERMINACIÓN DEL
HIERRO METÁLICO.
MÉTODO DEL CLORURO
FÉRRICO**

(1^{era} Revisión)



PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (**COVENIN**), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la **COVENIN** constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana **COVENIN 1245-78**, fue elaborada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización **CT7 Materiales Ferrosos** por el Subcomité Técnico **SC2 Métodos de Ensayo** a través del convenio de cooperación suscrito entre el **Instituto Venezolano de Siderurgia (IVES)** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por la **COVENIN** en su reunión N° **148** de fecha **10/09/97**.

En la elaboración de esta Norma participaron las siguientes entidades: **SIDOR**, **SIDETUR**, **OPCO**, **FIOR**, **PIGVENSA**, **OPP**, **FMO**, Ferrominera del Orinoco e **IVES**.

NORMA VENEZOLANA
MINERALES DE HIERRO Y PRODUCTOS
SIDERÚRGICOS.
DETERMINACIÓN DEL HIERRO METÁLICO.
MÉTODO DEL CLORURO FÉRRICO.

COVENIN
1245:1997
(1^{era} Revisión)

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana contempla el método para determinar el contenido de hierro metálico en los minerales de hierro, productos siderúrgicos, productos de calcinación y productos prerreducidos, que presenten hasta un contenido de hierro metálico de 95 % (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 vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma esta 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 1257-81. Minerales de hierro: método de preparación de muestras.

COVENIN 1240-79. Minerales de hierro: determinación de la humedad.

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

COVENIN 1237-78. Minerales de hierro y productos siderúrgicos: determinación de hierro total. Método de reducción con cloruro estannoso y titulación con dicromato de potasio.

COVENIN 1242-78. Minerales de hierro: método de titulación con dicromato de potasio para la determinación de óxido ferroso.

COVENIN 834-75. Materiales ferrosos: método de obtención de muestras para la determinación de su composición química.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta Norma Venezolana se aplican las siguientes definiciones:

3.1 Hierro metálico (Fe⁰)

Es el hierro que se encuentra libre y/o combinado en forma de cementita (Fe₃C).

3.2 Productos prerreducidos

Son todos aquellos materiales ferrosos que se generan a partir de un proceso de Reducción Directa.

4 SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

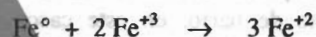
Los símbolos y abreviaturas utilizados en esta Norma, son mostrados en la Tabla 1.

Tabla 1. Símbolos y abreviaturas

Designación	Símbolo	Unidad de medida
Hierro Metálico	Fe ⁰	% (p/p)
Normalidad	N	eq/L ; meq/ml
Peso de muestra	m	g
Volumen	V	L ; ml

5 RESUMEN DEL ENSAYO

El método descrito en la presente Norma, está basado en una reacción de óxido-reducción, en donde el Fe⁰ presente en la muestra es oxidado hasta Fe⁺² por acción del FeCl₃ según:



Se titula el hierro reducido con una solución valorada de dicromato de potasio, usando difenilaminsulfonato de sodio como indicador. La reacción es:



6 EQUIPOS 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.

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

6.2.1 Eter etílico "grado técnico" u otro solvente orgánico apropiado.

6.2.2 Mezcla ácida sulfo-fosfórica

En un envase de 1 L que contenga 300 ml de agua destilada, vertir cuidadosamente y mientras se agita, 150 ml de ácido fosfórico concentrado enfriar en un baño de agua. Luego añadir 150 ml de ácido sulfúrico y diluir con agua hasta un litro.

6.2.3 Solución de cloruro de hierro (III) hexahidratado ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 250 g/L.

En un envase de 1 L conteniendo 600 mL de agua, se añaden 250 g de cloruro de hierro (III) hexahidratado, se agita hasta disolución total de la muestra. Luego se diluye con agua hasta un litro.

NOTA 1: También puede utilizarse cloruro de hierro (III) anhidro, en este caso se pesan 150 g del reactivo y se añaden, con agitación, a 600 ml de agua. Una vez disuelta se diluye hasta un litro.

6.2.4 Difenilaminsulfonato de sodio ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}$), solución acuosa al 0,2 % (p/v).

Disolver 0,20 g de difenilaminsulfonato de sodio en 100 ml de agua. Guardar la solución en un envase ámbar.

NOTA 2: También puede utilizarse una solución de difenilaminsulfonato de bario, en este caso se debe disolver 0,32 g de difenilaminsulfonato de bario en 100 ml de agua. Se añade 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.

6.2.5 Dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), solución estándar de concentración 0,1000 N.

Pulverizar aproximadamente 6 g de dicromato de potasio estándar en un mortero, secar en un horno con recirculación de aire, en un rango de temperatura comprendido entre 140 °C y 150 °C durante 2 horas. Luego enfriar a temperatura ambiente en un desecador. Disolver 4,904 g de esta muestra seca y pulverizada, en agua y diluir la solución hasta exactamente un volumen de 1 L. Se debe registrar en el envase la temperatura ambiente a la cual esta solución fue preparada.

6.2.6 Gas inerte (dióxido de carbono (CO_2), argón (Ar) o nitrógeno (N_2)).

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 a la Norma COVENIN 1722 y preparada de acuerdo a la Norma COVENIN 1257 o COVENIN 834 (para materiales ferrosos).

7.2 Secado de la muestra

7.2.1 La muestra debe ser secada, antes de realizar la determinación, de acuerdo al procedimiento descrito en la Norma COVENIN 1240.

7.2.2 Para algunos materiales, tales como finos de briquetas y finos metalizados, debe utilizarse atmósfera inerte para evitar la reoxidación del material.

7.3 Peso de la muestra

Para productos siderúrgicos se debe pesar una muestra entre 0,5 g y 1,0 g y para los demás materiales entre 0,2 g y 0,5 g. Se debe pesar con una aproximación de $\pm 0,2$ mg. Luego se debe transferir cuantitativamente a una fiola de 500 ml (véase Figura 1).

7.3.2 La muestra de ensayo secada, debe ser analizada el mismo día para evitar la reabsorción de humedad.

7.4 Descomposición de la muestra

7.4.1 Se debe humedecer la muestra con 15 ml de agua y tapar la fiola.

7.4.2 Se debe expulsar el aire del interior de la fiola abriendo el cilindro de gas inerte y colocando un flujo controlado de gas; realizada esta operación se deben adicionar 35 ml de solución de cloruro de hierro (III).

7.4.3 Sin interrumpir la corriente de gas, se calienta a una temperatura no mayor de 80 °C y se agita la solución, empleando preferiblemente un agitador magnético, durante aproximadamente 45 minutos, período de tiempo después del cual la reacción debe haber cesado.

7.4.4 Terminado el ataque, se debe enfriar la fiola sumergiéndola en agua fría. Una vez frío el sistema, se interrumpe la corriente de gas y se saca el tapón del montaje, luego se añaden 30 ml de mezcla ácida sulfo-fosfórica.

NOTA 3: Los materiales ferrosos deben ser lavados con eter etílico u otro solvente orgánico elegido a fin de eliminar la materia orgánica superficial (grasa, aceite, etc.).

NOTA 4: Deberàn realizarse al menos dos determinaciones como mínimo dentro de las desviaciones relativas máximas permisibles.

7.5 Titulación

Se debe diluir la solución hasta aproximadamente 300 ml, seguidamente se deben añadir 5 gotas de solución indicadora de difenilaminsulfonato de sodio y titular con la solución de dicromato de potasio. 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. Se debe anotar el volumen gastado como V.

7.6 Prueba en blanco

Si es necesario se efectúa una prueba en blanco, siguiendo todas las etapas del procedimiento y utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos. El volumen obtenido se anota como V₁.

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

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

$$\% \text{Fe}^{\circ} = \frac{(V - V_1) \times N \times 0,05585}{m \times 3} \times 100$$

donde:

% Fe^o es el contenido porcentual de hierro metálico, expresado en % p/p.

V: es el volumen de la solución de dicromato de potasio gastados en la titulación de la muestra, expresado en ml.

V₁: es el volumen de la solución de dicromato de potasio gastados en la titulación del blanco, expresado en ml.

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

N: es la normalidad de la solución valorada de dicromato de potasio, expresada en meq/ml.

0,05585: son los miliequivalentes gramo de hierro (milieq-gFe), Peso Atómico del hierro/1000.

8.2 Determinación del Fe⁺³

El contenido de Fe⁺³ se efectúa indirectamente haciendo uso de la siguiente expresión:

$$\% \text{Fe}^{+3} = \% \text{FeT} - (\% \text{Fe}^{\circ} + \% \text{Fe}^{+2})$$

donde:

% FeT: es el % Hierro total, determinado según lo establece la Norma Venezolana COVENIN 1237

% Fe⁺²: es el % Hierro ferroso, determinado según lo establece la Norma Venezolana COVENIN 1242

9 INFORME

El informe debe incluir como mínimo lo siguiente:

9.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN 1245

9.2 Fecha de realización del ensayo.

9.3 Identificación de la muestra.

9.4 Resultados del ensayo.

9.5 Observaciones.

9.6 Nombre del Analista.

BIBLIOGRAFIA

Esta norma fue elaborada en base a los ensayos realizados a minerales de hierro, cuyos datos fueron aportados por las empresas nacionales del sector.

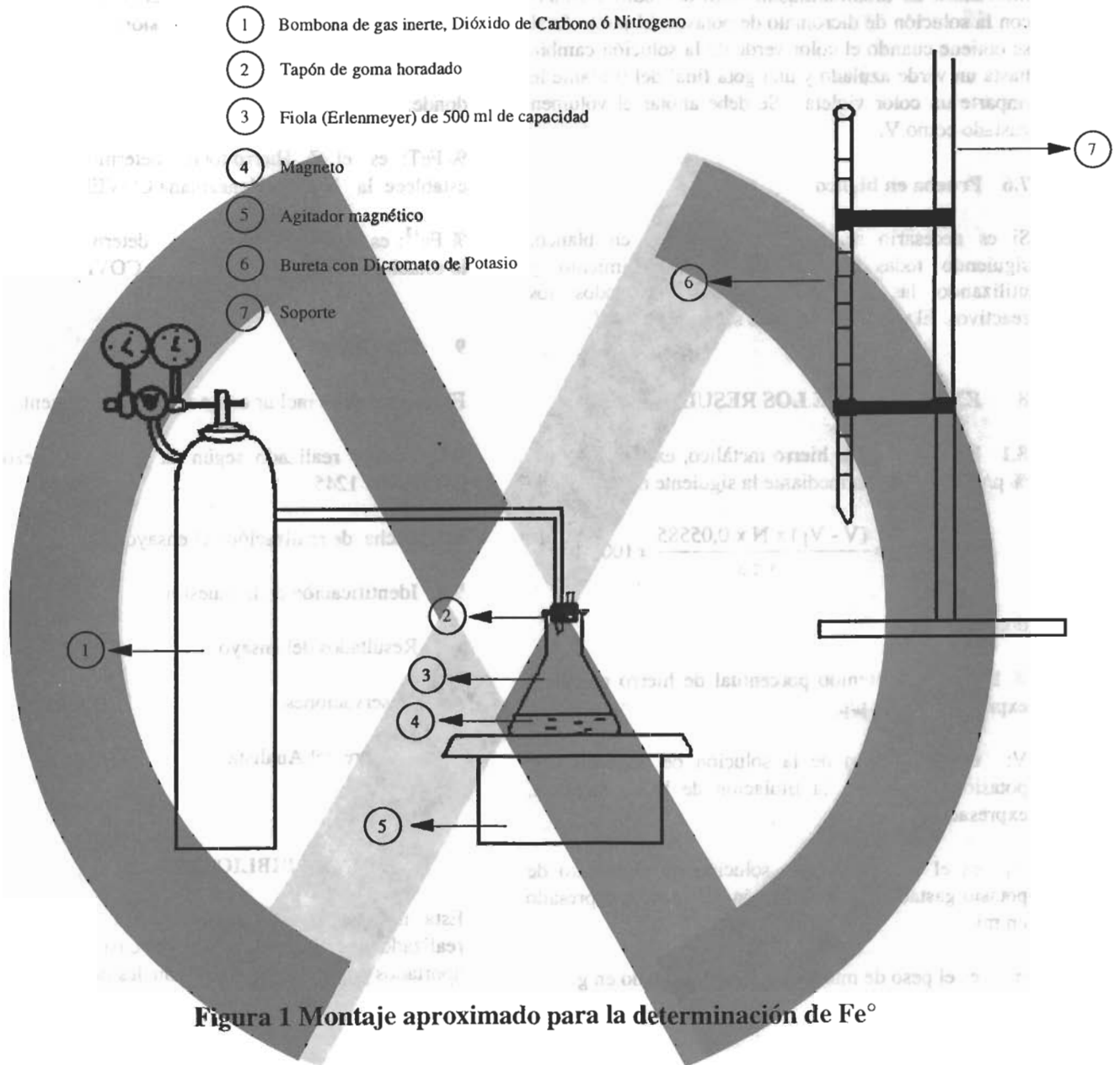


Figura 1 Montaje aproximado para la determinación de Fe^o

COVENIN
1245:1997

CATEGORÍA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

I.C.S: 77.040.30 - 73.060.10

ISBN: 980-06-1901-1

publicación de:



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

Descriptores: Mineral de hierro, ensayo químico, método de oxidación, método de reducción.