

CDU
676.620

COVENIN
1581-80

MINISTERIO DE FOMENTO



**COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES**

NORMA VENEZOLANA

PAPEL

**METODO DE ENSAYO PARA LA
DETERMINACION DE HIERRO**

TRAMITE:

COMITE: CT-19 "PULPA, PAPEL Y CARTON"

PRESIDENTE: GUSTAVO LARRAZABAL
APROPACA

VICEPRESIDENTE: PHILIPPE ERARD
MONTANA GRAFICA

DIEGO BOLAÑOS
AVEPA

SECRETARIO: MARY ANN DE LORENZO
MIV. DE FOMENTO

SUBCOMITE: CT-19/SC-3 "METODOS DE ENSAYO Y ESPECIFICACIONES
DE CALIDAD PARA PAPELES Y CARTONES"

COORDINADOR: MARY ANN DE LORENZO

ENTIDAD

AIAG

AVEPA

MONTANA GRAFICA

VENEPAL

MANPA

PAPELES MARACAY

REPRESENTANTE

CHARLES DUBOIS

DIEGO BOLAÑOS

PHILIPPE ERARD

RAMON RIVAS

CARLOS LOPEZ

MICHELE CARDONE

JOSE MENDEZ

ALFONZO TELLEZ

OSIRIS HERNANDEZ

OCTAVIO MOROS

PRESENTACION FARRERAS

RAUL ALBAN

PAPELES RECUBIERTOS

AMRAM BELILTY

LITOGRAFIA DEL COMERCIO

JOSEFINA TOVAR

HELAZON

S. PALUZY

CARTON DE VENEZUELA

MIGUEL GRAND

PAPELES VENEZOLANOS

JOSE ALID

DIAZOL

JOSE NORIEGA

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 08-07-80

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 12-08-80

NORMA VENEZOLANA
PAPEL Y CARTON METODO DE EN
SAYO PARA LA DETERMINACION
DE HIERRO SOLUBLE EN ACIDO

COVENIN
1581-80

1. NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN	1304 - 78	"Vocabulario para la industria papelera"
COVENIN	241 - 79	"Papel y Cartón". Extracción de Muestras"
COVENIN	242 - 79	"Papel y Cartón. Método de ensayo para determinar la humedad por secado en estufa"

2 OBJETO

2.1 Esta norma establece el método de ensayo para la determinación del hierro presente en papeles y cartones en medio ácido.

2.2 Este método es aplicable a concentraciones de hierro entre 10 y 200 p.p.m.

3 EQUIPO Y/O INSTRUMENTOS

- 3.1 Pipetas de 10; 25 y 50 ml
- 3.2 Matraces aforados de 50 y 1000 ml
- 3.3 Cilindros graduados de 5; 10 y 1000 ml
- 3.4 Vasos de precipitado de 600; 150 y 100 ml.
- 3.5 Crisol de Gooch de porosidad media y 5 cm de diámetro
- 3.6 Tubo Nessler de 50 ml
- 3.7 Espectrofotómetro o fotómetro con filtro de 508 nm,
- 3.8 Mechero Bunsen
- 3.9 Potenciómetro (medidor de pH)
- 3.10 Balanza con apreciación del 0,0001 g.
- 3.11 Material normal de laboratorio

4 REACTIVOS Y/O MATERIALES

4.1 Acido nítrico concentrado (HNO_3) p.a.

4.2 Acido clorhídrico concentrado y diluído (1:3)(HCl) p.a.

4.3 Hidróxido de amonio concentrado y diluído (1:4) (NH_4OH) p.a.

4.4 Solución de ortofenantrolina p.a.

La solución se prepara disolviendo 0,25 g de ortofenantrolina en 100 ml de agua.

El agua debe ser destilada a menos que se especifique lo contrario

4.5 Solución de hidrocloruro de hidroxilamina

La solución se prepara disolviendo 10 g de hidroxilamina en 100 ml de agua

4.6 Solución de hierro patrón

La solución se prepara disolviendo 14,0g de sulfato ferroso de amonio (p.a.) hexahidratado ($\text{Fe SO}_4 (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), en 500 ml de agua y 20 ml de ácido sulfúrico concentrado p.a. (H_2SO_4), se diluye a 1000 ml y se agita se toma una alícuota de 25 ml y se vierte en un matraz de 1000 ml, se homogeneiza y se enraza

5 PREPARACION Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS

Y PROBETAS PARA ENSAYO

La muestra a ensayar consiste en dos porciones representativas de al menos 20 g de papel extraídas según se indica en la Norma Venezolana COVENIN 241 de las cuales se cortan probetas cuadradas de 15 mm de lado aproximadamente

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Se le determina la humedad al papel según se indica en la Norma Venezolana COVENIN 242

6.2 Se pesan con una precisión de 0,0001 g varias probetas hasta obtener un peso de aproximadamente 5 g y se colocan en un vaso de precipitado de 100 ml.

- 6.3 Se añaden 50 ml de ácido clorhídrico concentrado y caliente (60-80 ° C), se tritura el papel durante 5 min con un mazo de vidrio.
- 6.4 Se filtra utilizando un crisol de gooch de porosidad media y se lava con ácido clorhídrico por tres veces.
- 6.5 Se lava el residuo utilizando 50 ml de agua caliente (repetir la operación 3 veces) aplicando succión después de cada adición
- 6.6 Se añaden varias gotas de ácido nítrico concentrado (HNO_3) al filtrado e hidróxido de amonio (NH_4OH) hasta pH 8,0 y se hierve hasta que el olor amoníaco desaparezca.
- 6.7 Se filtra el residuo obtenido a través del crisol de Gooch y se lava con agua caliente
- 6.8 Se coloca el crisol con su contenido ($\text{Fe}(\text{OH})_3$) en el cuello de un matraz de 50 ml, se le añaden 5 ml de ácido clorhídrico diluido y se lava con 10 ml de agua aproximadamente
- 6.9 Se añaden inmediatamente 5 ml de ácido clorhídrico al crisol y se lava nuevamente
- 6.10 Se retira el crisol y se diluye el filtrado hasta alcanzar la marca del matraz y se homogeneiza
- 6.11 Se coloca una alícuota de esta solución (10 ó 25 ml dependiendo del contenido estimado de Fe) en un vaso de precipitado de 100 ml, se añaden 3 ml de hidrocioruro de hidroxilamime y se homogeneiza
- 6.12 Se añaden 3 ml de ortofenantrolina y se ajusta el pH de la solución entre 3 y 4 utilizando hidróxido de amonio diluido (1:4) y se verifica con el potenciómetro (Nota 2).
- 6.13 Se transfiere cuantitativamente la solución a un matraz de 50 ml y se diluye hasta la marca con agua.
- 6.14 Se mezcla bien y se deja estabilizar la solución durante 30min.
- 6.15 Se prepara una solución en blanco siguiendo el mismo procedimiento
- 6.16 Se le mide la absorbancia a la solución a 508 nm contra la solución en blanco utilizando el espectrofotómetro

7 EXPRESION DE RESULTADOS

7.1 El contenido de hierro de la muestra se calcula utilizando la siguiente ecuación

$$A = \frac{B \times 50}{C \times D}$$

- A= Contenido de Fe en p.p.m.
B= Concentración de Fe obtenido en μg
C= Peso de la probeta en gramos
D= Volumen de la alícuota en ml

7.2 La repetibilidad del método está en el rango del 5%.

NOTA 2: El pH se debe mantener dentro de los límites especificados para prevenir la interferencia del cobre

8 INFORME

El informe debe contener:

- a) Norma Venezolana COVENIN bajo la cual se realizó el ensayo
- b) Fecha de realización
- c) Técnico que lo realizó
- d) Número del lote
- e) Características del material ensayado
- f) Resultados obtenidos
- g) Observaciones generales

BIBLIOGRAFIA

TAPPI 434 OS-68 Acid Soluble Iron in Paper.

A N E X O 1

Para determinar la concentración de hierro en una solución a partir del valor de la absorbancia de esa misma solución se debe hacer lo siguiente:

1. Preparar una solución patrón de hierro (concentración conocida)
2. De esta solución patrón se preparan un mínimo de 10 soluciones que se encuentren en el mismo rango de concentración (5 mas concentradas, 5 mas diluídas) de la muestra.
3. Las distintas soluciones se someten al tratamiento descrito en el procedimiento, desde el punto 6.6 hasta el punto 6.14 inclusive
4. Se le mide la absorbancia a todas las soluciones y se anota el valor.
5. Se construye un gráfico de Absorbancia V_s Concentración
6. Teniendo el valor de la absorbancia de la muestra, se lee en el gráfico el valor correspondiente a la concentración. (Nota 2).