

578
**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
417:2001**

**MINERALES DE HIERRO
Y PRODUCTOS SIDERÚRGICOS.
DETERMINACIÓN DE FÓSFORO.
MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO
DE AZUL DE MOLIBDENO**

(1^{ra} Revisión)



FONDONORMA

PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN **417:2001 Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Determinación de fósforo. Método espectrofotométrico de azul de molibdeno**, 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 **Instituto Venezolano de Siderurgia (IVES)** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior **N° 2001-08** de fecha **29/08/2001**.

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 DE
FÓSFORO. MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO
DE AZUL DE MOLIBDENO**

**COVENIN
417:2001
(1^{ra} Revisión)**

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana contempla una serie de métodos para determinar el contenido de fósforo en minerales de hierro, tanto natural como procesado, que presenten un contenido de fósforo entre 0,003 % (p/p) y 2 % (p/p).

NOTA 1: La presencia de arsénico, bario o titanio no interfiere en el análisis.

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 seguidamente.

COVENIN 3482-1:1999 Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Vocabulario. Parte I: Terminología para mineral de hierro y reducción directa.

COVENIN 3616:2000 (ISO 10835) Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Hierro de reducción directa. Muestreo y preparación de muestra. Métodos manuales para pellas y HRD.

COVENIN 3617:2000 (ISO 3082) Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Métodos de muestreo y preparación de muestras.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta Norma Venezolana se aplican las definiciones indicadas en la norma COVENIN 3482-1 y la siguiente:

3.1 Método Espectrofotométrico

Este método de análisis se basa en el hecho de que las distintas sustancias absorben radiación a una frecuencia dada, en magnitudes diferentes, siendo esta absorción proporcional a la concentración de cada sustancia.

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
Fósforo	P	% (p/p)
Peso de muestra	m	G
Absorbancia	Abs	Unidades de absorbancia

5 MÉTODOS DE ENSAYO

5.1 Método 1

La porción de muestra se descompone por fusión, con una mezcla de carbonato de sodio y tetraborato de sodio. El fundido es disuelto en ácido clorhídrico diluido. El tratamiento de una alícuota de solución, con sulfito de sodio y ácido perclórico, seguido del tratamiento del fósforo con molibdato y sulfato de hidrazina, forman un complejo de azul de molibdeno.

La medición espectrofotométrica de la absorbancia del complejo de azul de molibdeno se realiza a una longitud de onda aproximada entre 820 nm a 825 nm.

5.1.1 Equipo de ensayo

- a) Espectrofotómetro UV-visible, diseñado para leer absorbancias en aproximadamente 820 nm a 825 nm.
- b) Crisol de platino.
- c) Mufla, capaz de mantener una temperatura de $1000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- d) Plancha de calentamiento con agitación.
- e) Barras magnéticas, recubiertas con teflón.
- f) Baño de María.
- g) Mechero.

5.1.2 Reactivos

Se deben utilizar en todas las pruebas productos químicos de 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 debe utilizar agua destilada o de similar pureza.

- a) Carbonato de sodio anhidro, Na_2CO_3 .
- b) Tetraborato de sodio anhidro, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$.
- c) Ácido clorhídrico concentrado, HCl , ρ de 1,16 g/ml a 1,19 g/ml.
- d) Ácido clorhídrico, diluido 1:1.
- e) Sulfato de hidrazina ($\text{NH}_2\text{NH}_2\text{H}_2\text{SO}_4$), solución de 2 g/l. Esta solución debe ser preparada fresca al momento del análisis y en cantidad suficiente para el número de muestras a ser realizadas.
- f) Solución de molibdato de amonio al 12 % (p/v), $((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O})$.
- g) Ácido perclórico, HClO_4 , solución al 60 % (p/p) ρ de 1,54 g/ml o solución del 72 % (p/p) ρ de 1,70 g/ml.
- h) Ácido perclórico diluido, 3 mol/l.
- i) Sulfito de sodio (Na_2SO_3), solución de 100 g/l.

Esta solución debe ser preparada fresca al momento del análisis y en cantidad suficiente para el número de muestras a ser realizadas.

- j) Bisulfito de sodio (NaHSO_3).
- k) Solución estándar de fósforo, 20 $\mu\text{g/ml}$.

Se debe secar una cantidad apropiada de fosfato dihidrogenado de potasio (KH_2PO_4), a $110\text{ }^{\circ}\text{C}$, y enfriar en un desecador. Se disuelve en agua 0,2197 g de la sal seca, se transfiere a un balón volumétrico de 250 ml, se

diluye hasta la marca con agua y se mezcla. Luego se transfieren 25 ml de esta solución a un balón volumétrico de 250 ml, se diluye hasta la marca con agua y se mezcla.

NOTA 2: Se pueden utilizar soluciones estándar de 1000 ppm de fósforo en un balón apropiado.

l) Solución matriz

Se transfieren 1,8 g de carbonato de sodio anhidro y 0,8 g de tetraborato de sodio anhidro, a un vaso de precipitado u otro tipo de fundente de 250 ml y se añaden 40 ml de agua. Mientras se agita, se deben adicionar cuidadosamente 70 ml de ácido clorhídrico 6 mol/l. Se calienta a ebullición, por 1 minuto, se enfría y se transfiere a un balón volumétrico de 200 ml. Luego se diluye hasta la marca con agua y se mezcla.

m) Heptamolibdato de amonio ((NH₄)₆Mo₇O₂₄ 4H₂O), solución de 20 g/l

Se disuelven 20 g de heptamolibdato de amonio en 500 ml de agua. Cuando este disuelto, se añade lentamente, mezclando bien, 250 ml de ácido perclórico al 72 % (p/p) o 325 ml de ácido perclórico al 60 % (p/p), se enfría a temperatura ambiente.

5.1.3 Procedimiento

5.1.3.1 Toma y preparación de la muestra

Para análisis se debe usar una muestra con tamaño de partícula menor a 150 µm, tomada, preparada y secada de acuerdo con las normas COVENIN 3082 y COVENIN 10835.

5.1.3.2 Peso de muestra

Se pesan 0,5000 g de muestra, con una aproximación de ± 0,2 mg, y se transfieren cuantitativamente a un crisol de platino.

5.1.3.3 Descomposición de la muestra

- Se pesan entre 1,2 a 1,5 g de una mezcla de carbonato de sodio anhidro y 0,4 g de tetraborato de sodio anhidro en relación 2:1.
- Se lleva a una mufla, colocada a 1000 °C ± 20 °C, al menos por 15 minutos.
- Se enfría el crisol a temperatura ambiente y se introduce en un vaso de precipitado, se coloca sobre una plancha de calentamiento o baño de arena y que contenga 50 ml de ácido clorhídrico diluido. Se calienta hasta que el fundido se disuelva.
- Se deja enfriar a temperatura ambiente, luego se trasvasa la solución a un balón aforado de 100 ml, se diluye con agua hasta la marca y se mezcla (esta es la solución de ensayo).

5.1.3.4 Preparación de la solución en blanco y de la muestra de chequeo

En paralelo con la preparación de la muestra de ensayo, se realiza una segunda fusión utilizando todos los reactivos y siguiendo el procedimiento descrito en el punto 5.1.3.3, pero omitiendo la porción de muestra de ensayo. Esta será la solución en blanco. Adicionalmente, se debe utilizar un Material de Referencia Certificado (MRC), de similares características a la muestra de ensayo y se debe preparar tal como se indica en el punto 5.1.3.3, esta será la muestra de chequeo.

5.1.3.5 Tratamiento de la solución de ensayo

Para muestras de ensayo que contengan menos de 0,2 % (p/p) de fósforo, se debe proceder tal como se indica en el punto 5.1.3.5.1. Con muestras que contengan más de 0,2 % (p/p) de fósforo, se debe proceder tal como se especifica en el punto 5.1.3.5.2.

5.1.3.5.1 Contenido de fósforo menor a 0,2 % (p/p)

En dos vasos de precipitado de 250 ml, se añade una alícuota de solución de ensayo y una alícuota de solución en blanco respectivamente de acuerdo con la Tabla 2. Se adiciona a cada uno el volumen especificado de solución matriz (véase Tabla 2).

Se prepara una solución de compensación, midiendo en un vaso de precipitado la correspondiente alícuota de solución de ensayo y añadiendo el volumen especificado de solución matriz (véase Tabla 2).

5.1.3.5.2 Contenido de fósforo menor a 0,2 % (p/p)

Se prepara una solución de ensayo diluida y una solución en blanco diluida, como sigue: en dos balones volumétricos de 100 ml se mide una alícuota de 10 ml de solución de ensayo y de solución en blanco, respectivamente. Luego se diluye con solución matriz y se agita bien.

En dos vasos de precipitado de 250 ml, se añade una alícuota de solución de ensayo diluida y una alícuota de solución en blanco diluida respectivamente de acuerdo con la Tabla 2. Se adiciona a cada uno el volumen especificado de solución matriz (véase Tabla 2.)

Tabla 2. Alícuotas de solución de ensayo o solución de ensayo diluida

Contenido de fósforo en la muestra de ensayo % (p/p)	Alícuota de solución de ensayo (ml)	Alícuota de solución de ensayo diluida (ml)	Solución matriz (ml)
0,003 a 0,1	20,0	20,0	0
0,05 a 0,2	5,0	10,0	15,0
0,2 a 1			10,0
0,5 a 2			

NOTA: La coincidencia en los rangos de concentración permite que los valores obtenidos difieran de los valores esperados. Normalmente el primer rango especificado en la tabla debe ser adoptado, aunque pueden considerarse alícuotas diferentes dependiendo del contenido de P en la muestra.

5.1.3.6 Determinación Espectrofotométrica

5.1.3.6.1 Se añaden 15 ml de la solución de sulfito o bisulfito de sodio a las soluciones obtenidas en el punto 5.1.3.5.1 ó 5.1.3.5.2. Se mezcla, se cubre y se deja reposar a temperatura ambiente, por 2 minutos. Después se coloca en un baño de agua hirviente, sumergiendo el vaso de precipitado hasta el nivel de la solución, se calienta por 10 minutos y luego se remueve el vaso del baño.

5.1.3.6.2 Se agrega una barra magnética y se mezcla después de cada adición, se añaden, excepto a la solución compensadora de hierro, 25 ml de ácido perclórico, 20 ml de agua y 10 ml molibdato de amonio.

NOTAS:

1. Con la solución compensadora de hierro, se debe incrementar el volumen de ácido perclórico de 25 ml a 35 ml, añadiendo 20 ml de agua, pero omitiendo la adición de la solución de molibdato de amonio.

2. Por conveniencia, una solución premezclada de ácido perclórico y agua, en la relación de 25 ml a 20 ml, puede ser preparadas en cantidad suficiente para el número requerido de muestras a ser ensayadas. Para los siete ensayos requeridos en un ensayo normal y en las series de calibración, se deben añadir 200 ml de ácido perclórico a 160 ml de agua y mezclar bien. Se usan 45 ml de esta solución en lugar de las adiciones individuales especificadas de ácido perclórico y agua.

5.1.3.6.3 Se añaden 2,0 ml de solución de sulfato de hidrazina, se mezcla y transfiere a un baño de agua hirviente. Se sumerge el vaso de precipitado hasta el nivel de la solución y se calienta a la máxima temperatura del baño por 20 minutos. Se enfría en un baño de agua, se transfiere a un balón de 100 ml, se diluye con agua y se mezcla bien.

5.1.3.6.4 Se mide en una celda, en la región cercana a 825 nm, las absorbancias de las soluciones de ensayo, usando agua como solución de referencia y corrigiendo los valores obtenidos con el valor obtenido de la solución en blanco (véase nota). Si se ha realizado una prueba de compensación de hierro, se debe restar el valor obtenido de las absorbancias corregidas de la solución de ensayo.

NOTA:

1. La estabilidad del color de la solución debe ser confirmada por al menos 5 horas.

2. Si el valor de absorbancia obtenido por la solución en blanco es mayor que 0,025, entonces debe verificarse la pureza de los reactivos a utilizarse.

5.1.3.7 Preparación de la curva de calibración

5.1.3.7.1 Preparación de las soluciones de calibración, 5 µg/ml

Se transfieren 1,2 ó 1,5 de la mezcla de carbono de sodio y de tetraborato de sodio a un vaso de precipitado y se añaden 30 ml de agua. Mientras se agita, se añaden cuidadosamente 35 ml de ácido clorhídrico. Luego se cubre el vaso y se calienta a ebullición por 1 minuto y posteriormente se enfría. Seguidamente se añaden 25 ml de solución estandar de fósforo, se mezcla y se transfiere a un balón de 100 ml. Se diluye hasta la marca con agua y se mezcla.

5.1.3.7.2 Curva de calibración

De una serie de 4 vasos de precipitado, se transfieren a cada uno, 0 ml, 5,0 ml, 10,0 ml y 20,0 ml de solución de calibración de fósforo respectivamente. Posteriormente se añaden a los primeros 3 vasos 20,0 ml, 15,0 ml y 10,0 ml, respectivamente de solución matriz, luego se continúa con el procedimiento especificado en el punto 5.1.3.6.

Se mide la absorbancia de cada solución usando agua como referencia y corrigiendo los valores con el valor de la solución cero en fósforo. Se grafican la absorbancia neta contra la masa de fósforo, en microgramos, expresada con tres cifras significativas.

NOTA:

1. Si se conoce el valor aproximado de fósforo en la muestra, puede tratarse un material de referencia certificado (MRC) o patrones secundarios (en los cuales se ha determinado el valor de consenso) de similares características al de la muestra, y leer consecutivamente las absorbancias de cada solución, a la longitud de onda establecida.
2. El valor obtenido para 100 µg de fósforo puede estar en $0,870 \pm 0,003$ unidades de absorbancia.

5.1.4 Expresión de los resultados

5.1.4.1 El contenido de fósforo se obtiene directamente, mediante el intercepto de la absorbancia corregida obtenida con la muestra de ensayo y la curva de calibración, o a partir de la ecuación de la recta y el valor de la absorbancia corregida de la muestra de ensayo.

5.1.4.2 Si el contenido de fósforo es determinado por el método de comparación, el valor se debe obtener mediante la siguiente ecuación:

$$\% P = \frac{m_1 \times f}{100 m_0 V}$$

donde:

- m_0 : Es la masa de la porción de ensayo, expresada en g
- m_1 : Es la masa de fósforo contenida en la alícuota tomada en el punto 5.1.3.5 y determinada por la curva de calibración, expresada en µg
- f : Es el valor factor de dilución en la muestra a analizar
- V : Es el volumen de la alícuota tomada en el punto 5.1.3.5, expresada en mililitros
- $\%P$: Es el porcentaje de fósforo en la muestra

5.2 Método 2

El método consiste en disolver la muestra en ácido clorhídrico y una pequeña cantidad de ácido nítrico. Se calienta agregando ácido perclórico hasta la aparición de humos densos. El residuo insoluble se separa por filtración.

El tratamiento de una alícuota de solución con bisulfito de sodio, seguido del tratamiento del fósforo con molibdato de amonio y sulfato hidrazina, forman un complejo azul de molibdeno.

5.2.1 Reactivos

- a) Ácido sulfúrico (1:1) H_2SO_4
- b) Bisulfito de sodio NaHSO_3 (10 %)
- c) Solución muestra:

Solución A: $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24}$ (2%), 10g $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24}$ + 100 ml H_2O + 300 ml H_2SO_4 1:1 500 ml

Solución B: $(\text{N}_2\text{H}_6\text{SO}_4)$ (0,015 %), 0,075g $\text{N}_2\text{H}_6\text{SO}_4$ + 100 ml H_2O + 75 ml H_2SO_4 (1:1) 500 ml

- d) Ácido nítrico concentrado
- e) Ácido ascorbico (2%)

5.2.2 Equipo

- a) Baño termostato
- b) Baño de arena y/o plancha de calentamiento
- c) Papel filtro de poro medio
- d) Balanza analítica con una precisión de 0,1 mg
- e) Material de vidrio, vaso precipitado, pipetas volumétricas y embudo
- f) Solución mixta de indicador

Se mezclan en un balón de 100 ml, 10 ml de solución de sulfato de hidrazina (0,015 %), 25 ml de solución de molibdato de amonio y 65 ml de agua deionizada. Se debe preparar esta solución cada vez que se utilice. Se afora con agua y se mezcla.

- g) Solución estándar de fósforo (100 (m g/ml)):

Se pesan 0,2197 g de dihidrógeno fosfato de potasio 99,99% KH_2PO_4 desecado por completo a $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$, se enfría hasta temperatura ambiente en el desecador y se disuelve con agua deionizada. Se transfiere a un frasco volumétrico de 100 ml y se diluye hasta la marca. Se debe diluir esta solución a 10 veces (1,0 g/ml), cada vez que se utilice.

5.2.3 Procedimiento

5.2.3.1 Peso de muestra: Se pesan 1,000 g de muestra con una aproximación de $\pm 0,2$ mg, y se transfiere cuantitativamente a un vaso precipitado de 250 ml.

5.2.3.2 Descomposición de la muestra: Se humedece con una pequeña cantidad de agua, se adicionan 25 ml de ácido clorhídrico, se cubre el vaso de precipitado con un vidrio de reloj y se calienta lentamente hasta que la descomposición sea completa.

NOTA: Si es necesario se deben añadir 3 ml de ácido ascorbico al 2% para ayudar a la descomposición de la muestra.

5.2.3.3 Se agrega 1 ml de ácido nítrico, manteniendo el calentamiento por algunos minutos y luego se añaden 15 ml de ácido perclórico. Se mantiene el calentamiento hasta que cese el desprendimiento de humos blancos del ácido perclórico.

5.2.3.4 Se deja enfriar y se agregan 50 ml de agua, se calienta lentamente hasta disolver las sales, luego se lava el vidrio de reloj y las paredes del vaso, filtrando posteriormente a través de un papel de porosidad media y se recoge el filtrado en un frasco volumétrico de 200 ml.

5.2.3.5 Con una pipeta se transfieren 10 ml de la solución filtrada a un frasco volumétrico de 100 ml. Luego se añaden 10 ml de solución bisulfito de sodio (10 %). Se calienta en baño de María a 100°C hasta ver decoloración de la muestra (aproximadamente 5 minutos).

5.2.3.6 Se adicionan inmediatamente 25 ml de la solución mixta de indicador y se calienta por 10 minutos en baño termostato (baño de María). Se saca el frasco volumétrico del baño termostato y se enfrían las paredes

del envase con agua hasta temperatura ambiente. Después se diluye con agua hasta la marca y se mezcla bien.

5.2.3.7 Se mide en una celda, en la región cercana a 825 nm, las absorbancias de las soluciones de ensayo utilizando agua como solución de referencia y se corrigen los valores obtenidos con el resultado de la solución en blanco.

5.2.4 Preparación de la curva de calibración

Se transfieren de la solución estándar, alícuotas de 0 ml; 1 ml; 2 ml; 3 ml; 4 ml; 5 ml; en los balones de 100 ml, equivalentes cada una de ellas a 5 ppm; 10 ppm; 15 ppm; 20 ppm y 25 ppm. Se agregan a cada balón 10 ml de bisulfito de sodio al 10 % y se coloca en baño termostato. Luego se esperan 5 minutos para añadir 25 ml de solución mixta (25 ml de solución A, 10 ml de solución B y 65 ml de agua). Se calienta en baño termostato por 10 minutos, se enfría y afora hasta la marca.

Seguidamente, se mide la absorbancia de cada solución usando agua como referencia y corriendo los valores con el valor de solución cero en fósforo. Se gráfica la absorbancia neta contra la masa de fósforo, en microgramos, expresada con tres cifras decimales.

5.3 Método 3

Consiste en la descomposición de la muestra por fusión con tetraborato de litio. El fundido es disuelto en ácido clorhídrico diluido. Se trata una alícuota de solución, con sulfito de sodio y a continuación el tratamiento del fósforo con molibdato de amonio y sulfato de hidrazina, formando un complejo azul de molibdeno.

5.3.1 Equipo de ensayo

5.3.1.1 Espectrofotómetro UV – Visible

5.3.1.2 Crisol de platino, balones de vidrio, beaker, pipetas calibradas, vidrio de reloj, celdas fotométricas, pinzas para crisoles, agitadores magnéticos y gradillas de madera.

5.3.1.3 Fundidora: con una serie de mecheros y un control de la relación de gases (Propano y Oxígeno), para obtener una llama oxidante adecuada y capaz de mantener una temperatura, comprendida en el siguiente rango: $(1000 \pm 20) ^\circ\text{C}$.

5.3.1.4 Plancha de calentamiento con agitación

5.3.1.5 Baño de arena

5.3.1.6 Balanza analítica de precisión 0,1 mg

5.3.2 Reactivos

- a) Sulfito de Sodio, Na_2SO_3
- b) Tetraborato de Litio, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$
- c) Ácido Clorhídrico concentrado, HCl
- d) Ácido Clorhídrico diluido 1:1
- e) Sulfato de Hidrazina $\text{NH}_2\text{NH}_2\text{H}_2\text{SO}_4$
- f) Solución de Molibdato de Amonio, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4\text{H}_2\text{O}$
- g) Ácido Sulfúrico concentrado, H_2SO_4

5.3.3 Procedimiento

5.3.3.1 Preparación de soluciones

a) **Molibdato de Amonio:** se disuelven 20 g de Molibdato de Amonio en 500 ml de H_2O destilada (se debe calentar el agua antes de agregar el soluto). Cuando esté disuelto, se agrega lentamente mezclando bien 300 ml de H_2SO_4 , se enfría y se trasvasa a un balón de capacidad 1000 ml.

b) **Sulfato de Hidrazina:** Se transfieren 0,15 g de Sulfato de Hidrazina en agua destilada y se diluye a un volumen de 100 ml (Se debe calentar el agua antes de agregar el soluto y debe ser preparada en el momento del análisis).

c) **Solución de Molibdato – Hidrazina:** Se adicionan 50 ml de la solución de molibdato de amonio y 20 ml de la solución de sulfato de Hidrazina, se diluye a un volumen de 200 ml con agua destilada (Esta solución debe ser preparada fresca al momento del análisis y en cantidad suficiente para el número de muestras a ser analizadas).

d) **Sulfito de Sodio:** Se disuelven 20 g de Na_2SO_3 en agua destilada caliente. Se enfría y se diluye a un volumen de 200 ml.

e) **Solución del fundente ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$):** Se pesan 3,0000 g de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ y se disuelve en un beaker que contiene 100 ml de agua destilada y 25 ml de ácido clorhídrico concentrado y se diluye a un volumen final de 200 ml.

5.3.3.2 Peso de muestra: Se pesa 0,5000 g de muestra, con una aproximación de $\pm 0,2$ mg, y se transfiere cuantitativamente a un crisol de platino.

5.3.3.3 Descomposición de la muestra

a) Se pesan 3,0000 g de Tetraborato de Litio. Luego se transfiere al crisol de platino que contiene los 0,5000 g de la muestra.

b) Se lleva el crisol con la mezcla (Muestra+ $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) a una fundidora con una temperatura de $1000^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$, por 2 minutos.

c) Se enfría el crisol a temperatura ambiente y se introduce en un beaker, que contiene 150 ml de HCl diluido y posteriormente es tapado con un vidrio de reloj. Se coloca sobre una plancha de calentamiento o preferiblemente en baño de arena, para una disolución más suavemente, hasta que el fundido se disuelva totalmente.

d) Se deja enfriar a temperatura ambiente, luego se trasvasa a un balón aforado de 200 ml, se diluye con H_2O destilada hasta la marca y se homogeniza la solución.

5.3.4 Curva de calibración con materiales de referencia certificados

Se debe emplear soluciones de Materiales de Referencias Certificados (MRC), para la calibración de los equipos de ensayos. El porcentaje % P de los MRC, debe estar comprendido entre 0,011 y 0,168, para la realización de la curva de calibración. El proceso a seguir es el siguiente:

a) En una serie de beaker, se coloca una alícuota de 10,0 ml de la solución obtenida de acuerdo con el punto 5.3.3.3.

b) Se agrega a cada beaker 5 ml de la solución de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (Solución

c) Se traza la curva de calibración colocando las lecturas de Absorbancias contra % P de cada solución de MRC.

d) Para cada equipo utilizado debe trazarse una curva de calibración. Cada seis meses o después de un mantenimiento realizado a los equipos, una nueva curva debe ser trazada para verificación de su reproducibilidad.

e) La verificación del método es importante y debe realizarse cada vez que se quiere determinar el % P a muestras de mineral y pellas, tal verificación debe realizarse utilizando valores certificados de los materiales de referencias u otro patrón cuyo valor obtenido es por consenso. La frecuencia de la verificación va a depender de cada equipo y debe llevarse un registro detallado de todas las actividades del proceso de verificación (temperatura, % humedad relativa, MRC utilizado u otro patrón).

5.3.5 Expresión de los resultados

Con la lectura de la absorbancia obtenida a partir del color desarrollado por la muestra, se obtiene de la curva de calibración la concentración de fósforo presente en la muestra. Mediante cálculos de regresión lineal, el cual da una medida de la cercanía de los datos a una línea recta, podemos evaluar las variables relacionadas

directamente como son: Absorbancia y % P. La determinación del % P, esta representada por la siguiente ecuación:

$$\%P = A_o \times m + b$$

%P = Es el porcentaje de fósforo en la muestra

Ao = Absorbancia de la muestra

b = Intercepto

m = Pendiente

5.3.6 Método de comparación directa

Para conocer la concentración, si no se quiere representar gráficamente los valores, solo será necesario aplicar la formula:

$$\%Pm = \frac{Am \times \%P(MRC)}{A(MRC)}$$

Donde:

% Pm : Es el porcentaje de P en la muestra desconocida

Am: Es la Absorbancia de la muestra desconocida

% P(MRC): Es el porcentaje P del Material de Referencia Certificado

A(MRC) : Es la Absorbancia del Material de Referencia Certificado

El Material de Referencia utilizado debe ser de características químicas similares al de la muestra a ser analizada.

5.4 Informe

El informe debe incluir como mínimo lo siguiente:

5.4.1.1 Informe realizado según la norma COVENIN 417.

5.4.1.2 Fecha de realización del ensayo.

5.4.1.3 Identificación de la muestra.

5.4.1.4 Resultado del ensayo.

5.4.1.5 Observaciones.

5.4.1.6 Nombre del analista.

BIBLIOGRAFÍA

ISO 4687-1:92 Iron ores. Determination of phosphorus content. Part 1: Molybdenum blue spectrophotometric method

JIS G 1214-1998 Iron and steel. Methods for determination of phosphorus content.

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

COVENIN
417:2001

CATEGORÍA
C

FONDONORMA

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12

CARACAS

7

publicación de:



FONDONORMA

I.C.S: 73.160.10

ISBN: 980-06-2784-7

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

Descriptores: Mineral de hierro, método espectrofotométrico, fósforo.