

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3403:2001**

**MINERALES DE HIERRO
Y PRODUCTOS SIDERÚRGICOS.
HIERRO DE REDUCCIÓN DIRECTA.
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO
DE CARBONO Y AZUFRE. MÉTODO
DE ABSORCIÓN INFRARROJO
DESPUÉS DE LA COMBUSTIÓN
EN HORNO DE INDUCCIÓN**

(2^{da} Revisión)



FONDONORMA

PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana **COVENIN 3403:2000 Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Hierro de reducción directa. Determinación del contenido de carbono y azufre. Método de absorción infrarrojo después de la combustión en horno de inducción**, 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° 2001-07** de fecha **25/07/2001**.

En la revisión de esta Norma participaron las siguientes entidades: **OPCO; CASIMA; VENPRECAR; ORINOCO IRON; TOPPCA; SIDOR; SIDETUR; FERROMINERA ORINOCO; e IVES.**

**NORMA VENEZOLANA
MINERALES DE HIERRO Y PRODUCTOS
SIDERÚRGICOS. HIERRO DE REDUCCIÓN
DIRECTA. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE
CARBONO Y AZUFRE. MÉTODO DE ABSORCIÓN
INFRARROJO DESPUÉS DE LA COMBUSTIÓN
EN HORNO DE INDUCCIÓN**

**COVENIN
3403:2001
(2^{da} Revisión)**

1 OBJETO

Esta norma establece el método para determinar el contenido de carbono y azufre en hierro de reducción directa, mineral de hierro, briquetas de hierro, pellas de mineral de hierro y productos siderúrgicos.

Este método es aplicable a los materiales, nombrados anteriormente, que presenten contenidos de carbono entre 0,01 % (p/p) y 5,0 % (p/p), y/o contenidos de azufre entre 0,001 % (p/p) y 0,35 % (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 seguidamente.

COVENIN 1240:2000 Minerales de hierro y productos siderúrgicos: Determinación de la humedad higroscópica en muestras para análisis químico.

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

COVENIN 3616:2000 Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Hierro de reducción directa. Muestreo y preparación de muestras. Métodos manuales para pellas y HRD.

COVENIN 3617:2000 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 las siguientes:

3.1 Análisis por combustión

Es la determinación de los componentes de una muestra, generados a partir de la combustión de la misma, en presencia de oxígeno.

3.2 Absorción infrarrojo (IR)

Es la absorción de energía radiante, en la región infrarrojo, por especies moleculares. Este tipo de absorción causa vibración y/o rotación en los enlaces de las moléculas, como consecuencia del cambio neto en el momento dipolar. Las variaciones de frecuencia observadas son características de determinados grupos funcionales y permiten distinguir a los átomos o moléculas asociados.

4 SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

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

Tabla 1. Símbolos y abreviaturas

Designación	Símbolo	Unidad de medida
Peso de muestra	m	g
Carbono	C	% (p/p)
Azufre	S	% (p/p)

5 RESUMEN DEL ENSAYO

El ensayo consiste en introducir una porción de muestra, colocada en un crisol refractario, bajo una corriente de oxígeno y en presencia de un acelerador, dentro de un tubo de combustión de un horno de alta frecuencia.

Debido al proceso de combustión, el carbono presente en la muestra es convertido en dióxido de carbono, y el azufre presente en dióxido de azufre. Cada gas generado es llevado hacia una celda infrarrojo.

El CO₂ y SO₂ absorben energía infrarroja, a una determinada longitud de onda, en el espectro IR. La energía a estas longitudes de onda es absorbida cuando estos gases pasan a través de las respectivas celdas IR. El cambio en energía es entonces observado en los detectores. La absorción de energía IR es sólo atribuida al CO₂ o SO₂, y sus concentraciones son entonces determinadas.

6 EQUIPO DE ENSAYO

6.1 Balanza analítica, con una precisión de 0,1 mg.

NOTA 1: La mayoría de los analizadores comerciales de carbono y azufre tienen incorporada la balanza analítica.

6.2 Crisoles de combustión, apropiados para contener la muestra y cualquier otro aditivo necesario para la combustión.

6.3 Oxígeno, O₂, mínimo 99,95 % (p/p) de pureza.

6.4 Perclorato de magnesio, Mg(ClO₄)₂, tamaño de grano 0,7 mm a 1,2 mm.

6.5 Acelerador de tungsteno, de mezcla tungsteno-estaño, iron chip, cobre (solo para minerales con baja combustión) u otro material apropiado, de forma granular y con bajos contenidos de carbono [$< 0,002\%$ (p/p)] y de azufre [$< 0,0005\%$ (p/p)].

6.6 Estándar de referencia, con contenidos conocidos de carbono y/o azufre.

6.7 Ascarita, Usado sólo para la determinación de carbono.

6.8 Lecosorb, (absorbente de humedad)

6.9 Determinador comercial de carbono y azufre; el equipo requerido para la combustión, en un horno de inducción de alta frecuencia y la posterior medida de absorción infrarrojo del dióxido de carbono y/o del dióxido de azufre, puede ser obtenido comercialmente de varios fabricantes. Para la operación segura del equipo deben seguirse las instrucciones del fabricante.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Toma y preparación de muestra

Para el análisis, se debe usar una muestra con tamaño de partícula menor a 150 µm, muestreada y preparada según las normas COVENIN 3616 y COVENIN 3617.

7.2 Peso de muestra

7.2.1 Se pesa, en un crisol de combustión, y con una precisión de 0,001 g, entre 0,1 g y 1,0 g de muestra.

7.2.2 Se añade entre 1 y 2 gramos de acelerador.

7.3 Combustión del material de referencia

El material de referencia certificado se utiliza para la calibración y/o verificación del instrumento; para ello se pesa en un crisol de combustión, la porción de material de referencia adecuado (anillo, pin o material pulverizado) y luego se procede a quemar el mismo de acuerdo con los instrumentos del fabricante. Si el valor obtenido coincide, dentro del rango de desviación, con el valor certificado, se procede a quemar la muestra según el punto 7.5. Si el valor obtenido al quemar el material de referencia se aleja del valor certificado, se procede a calibrar el equipo tal como lo indican las instrucciones del fabricante.

7.4 Combustión de la muestra

Se procede a pesar, en un crisol de combustión, entre 0,1 y 1 g de muestra. Se quema la misma de acuerdo con las instrucciones del fabricante y se registra el valor obtenido.

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Los contenidos de carbono y/o azufre, expresados como % (p/p), son dados directamente por el instrumento.

9 INFORME

El informe debe contener como mínimo lo siguiente:

- 9.1 Ensayo realizado según la norma COVENIN 3403
- 9.2 Fecha de realización del ensayo
- 9.3 Identificación de la muestra
- 9.4 Resultado del ensayo
- 9.5 Observaciones
- 9.6 Nombre del analista

BIBLIOGRAFÍA

ISO 9686:1992. "Direct reduced iron - determination of carbon and/or sulfur content - High frequency combustion method with infrared measurement".

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

ANEXO A

(Informativo)

CARACTERÍSTICAS DE LOS HORNO DE COMBUSTIÓN DE ALTA FRECUENCIA Y DE LOS ANALIZADORES INFRARROJO DE CARBONO Y AZUFRE COMERCIALES

A.1 Horno de combustión de alta frecuencia

El horno de combustión está formado por una bobina de inducción y un generador de alta frecuencia. La cámara del horno consiste de un tubo de silicio colocado en el interior de la bobina de inducción. Este tubo tiene placas de metal, en la parte superior e inferior, sellados por anillos O-rings. Los puntos de entrada y salida del gas se hacen a través de las placas de metal, las cuales tienen filtros a la salida para prevenir que las partículas de polvo alcancen el sistema de detección.

El generador es usualmente una unidad de potencia de 1,2 kw hasta 2,5 kw, pero la frecuencia usada por varios fabricantes puede ser diferente. Valores de 2 Mhz, 8 Mhz, 15 Mhz y 20 Mhz han sido utilizados. La potencia del generador es alimentada a la bobina de inducción, que rodea el tubo de silicio, y es usualmente enfriada con aire. El crisol de cerámica, para contener la muestra y el acelerador, se apoya sobre un pedestal, el cual está colocado de tal manera que, al introducirse dentro de la bobina de inducción, quede acoplado efectivamente cuando se aplique la potencia.

Las dimensiones típicas de los crisoles de combustión son:

Altura del crisol	25 mm
Diámetro externo	25 mm
Diámetro interno	20 mm
Espesor de la pared	2,5 mm
Espesor de la base	8 mm

El diámetro de la bobina de inducción, el número de vueltas y la geometría del horno, determinan el grado de acoplamiento del horno de combustión que puede ocurrir, siendo determinados estos factores por la manufactura del instrumento. La temperatura generada depende en parte de estos factores, pero también de las características de la muestra en el crisol, la forma de la muestra y la masa de material usada. Estos factores pueden ser variados, en algún grado, por el operador al realizar el ensayo.

Es esencial que los óxidos formados durante la combustión sean removidos por un filtro hecho de lana de vidrio, y, que los filtros de la cámara de combustión, sean limpiados frecuentemente para remover el óxido depositado.

A.2 Analizador de gas infrarrojo

En la mayoría de los instrumentos, el oxígeno conteniendo el CO_2 y/o el SO_2 generado en la combustión, es llevado hacia el sistema analizador, el cual consiste de una celda infrarroja, usualmente del tipo Luft o equivalente, donde la absorción específica de la radiación infrarroja es medida.

La amplificación electrónica de la absorción medida, es usualmente convertida en una señal digital, expresada como porcentaje en peso. Las medidas usualmente están provistas de controles electrónicos para ajustar el cero del instrumento (compensación del blanco), ajustar la calibración y la linealidad de las lecturas.

Los analizadores pueden estar equipados con una balanza automática y un sistema para la corrección automática de la lectura.

COVENIN
3403:2001

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: 980-06-2761-8

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

Descriptores: Mineral de hierro, método de ensayo, reducción directa, combustión, carbono, azufre, horno de inducción.