

7. PYATNITSKY, I. V. y otros: "Extracción de aminocomplejos de metales con ácidos monocarboxílicos alifáticos". Revista Anal. Quím. 28, 2317, 1973.
8. SUKHAN, V. V. y otros: "Extracción de aminocomplejos de metales con ácidos monocarboxílicos alifáticos". Revista Anal. Quím., 29, 1690, 1974.
9. SANDELL, E. B.: Colorimetric Determination of Traces of Metals, third edition, Interscience Publishers Ltd., 415-420, 665-674, New York, 1959.
10. COTTON, F. A. y G. WILKINSON: Advanced Inorganic Chemistry, second edition, E. R., Instituto del Libro, 871, La Habana, 1966.

GDU: 549.311:543.8:553.311 (729.1)

NUEVOS METODOS DE DETERMINACION DE HIERRO EN MINERAL LATERITICO

RESUMEN

En el presente trabajo se proponen tres métodos de determinación de hierro en mineral laterítico, basados en la valoración del mismo volumétricamente con EDTA, utilizando Tiron como indicador, potenciométricamente con EDTA y potenciométricamente con dicromato de potasio.

Los métodos propuestos fueron aplicados a muestras de mineral laterítico y los resultados fueron comparados entre ellos y con los resultados de la valoración usual de Fe(II), usando dicromato de potasio y difenilamina sulfonato de sodio como indicadores, a través del análisis de dispersión simple. No se encontraron diferencias significativas entre las medidas obtenidas por los métodos antes mencionados.

REVISTA MINERIA Y GEOLOGIA 3-84

NEW METHODS FOR IRON DETERMINATION
IN LATERITIC MINERAL

ABSTRACT

This work suggests three methods for iron determination in lateritic mineral. All of them are based on its valuation-volumetrically with EDTA, using Tyron as indicators potentiometrically with EDTA and potentiometrically with potassium dichromate.

The methods suggested were applied to samples of lateritic mineral and the results were compared, not only among them but also with those derived from the usual valuation of Fe(II), using potassium dichromate and diphenylamine sodium sulphate as indicator, through the simple dispersion analysis.

No meaningful differences were found among the results derived from the above mentioned methods.

NUEVOS METODOS DE DETERMINACION DE HIERRO
EN MINERAL LATERITICO

Luis Guevara Figueras
Lic. en Química
Empresa "Comandante René Ramos Latour"

Felipe Núñez Grillo
Lic. en Química
Empresa "Comandante René Ramos Latour"

Jesús Alpízar Lorenzo
C. Dr., Lic. en Química
Universidad de la Habana

INTRODUCCION

Es conocido que gran parte de los análisis de concentraciones relativamente altas de hierro en diferentes materiales se realizan en nuestro país utilizando uno de los métodos clásicos, la determinación de Fe(II) mediante la valoración con dicromato de potasio utilizando difenilamina sulfonato de sodio como indicador^[1].

Este método, a pesar de sus excelentes resultados presenta los inconvenientes relacionados con la necesidad de reducir el Fe(III) a Fe(II) y de eliminar el exceso de reductor antes de la valoración. Este paso intermedio alarga el tiempo de análisis y lo encarece por el uso de reactivos de elevado costo.

Una solución más racional es la determinación directa del hierro sin necesidad de que se encuentre totalmente en su estado de oxidación (II), lo cual elimina las dificultades antes mencionadas y disminuye el costo del análisis. Esto puede lograrse utilizando como valorante el EDTA.

Este tipo de valoración por formación de complejo de hierro con EDTA es ampliamente conocida, sobre todo la variante que utiliza ácido sulfosalicílico como indicador visual; sin embargo, la dificultad que se presenta en algunos casos en la apreciación del punto final de la valoración hace que esta variante no presente siempre una aplicación exitosa.

El Tiron, sal disódica del ácido 3-5 pirocatecoldisulfónico, ha sido propuesto como indicador para este tipo de valoración [2] ya que el mismo forma con el hierro, a pH relativamente ácido, un complejo azul verdoso de composición Fe: Tiron de 1:1, el cual es de menor estabilidad que el complejo del hierro con el EDTA en ese intervalo de pH.

La valoración con EDTA brinda además la ventaja de disminuir al mínimo la posibilidad de interferencias, ya que la determinación se realiza en un intervalo de acidez de 2 a 3, donde la estabilidad de otros complejos del EDTA con iones metálicos es mucho menor [3].

Las valoraciones potenciométricas dependen de la medición del cambio de potencial de un electrodo indicador sumergido en la solución, que se valora a medida que se añade el reactivo. Los métodos potenciométricos automáticos son de gran utilidad ya que permiten minimizar los errores accidentales e indeterminados, a la vez que eliminan la dependencia de la exactitud y precisión de la valoración de la habilidad normal y la experiencia del operador.

Existen dos tipos de métodos automáticos, uno que registra automáticamente el potencial del electrodo indicador, como función del volumen del valorante y que asume como

punto final el punto de inflexión de la curva sigmoide; y el otro que se considera más satisfactorio, en el cual la salida del valorante se detiene cuando el potencial del electrodo indicador alcanza el potencial correspondiente al punto de equivalencia. Esto se logra conectando la celda de valoración a un potenciómetro que permite establecer previamente el potencial del punto de equivalencia. El encargado de señalar el momento en que se alcanza el potencial es un relay que cierra la llave magnética de la bureta. El reactivo valorante se añade, de forma automática, en incrementos más pequeños a medida que el potencial se va acercando al valor del punto de equivalencia, y de esta forma se evitan los errores que provienen de la lentitud de la reacción en las cercanías de dicho punto.

La aplicación práctica más importante de los instrumentos de valoración automática [4] es en las determinaciones potenciométricas de análisis de control, donde el requisito fundamental es la velocidad, la cual debe tener una precisión y exactitud excepcionales.

MATERIALES Y METODOS

REACTIVOS Y SOLUCIONES

Los reactivos utilizados en nuestro trabajo son de la calidad analítica adecuada, y las soluciones fueron preparadas utilizando agua destilada de una calidad de 400-600 k Ω .

Las soluciones empleadas fueron las siguientes:

- Solución de EDTA 0,0180 M.
- Mezcla de ácidos clorhídrico + nítrico.

A un volumen de 250 ml de HCl concentrado se le añaden 25 ml de agua destilada.

- Solución reguladora (buffer) acetato-acético.

Disuelva 50 g de acetato de sodio con unos 150 ml de agua destilada y añada a la solución 35 ml de ácido acético. Diluya 1 000 ml con agua destilada y homogenice.

- Solución indicadora de Tiron.

Solución acuosa de Tiron al 2 %.

Acido clorhídrico (1:1).

Se mezcla el ácido clorhídrico concentrado con igual volumen de agua destilada.

- Mezcla de 150 ml de ácido sulfúrico concentrado con 150 ml de ácido fosfórico y se lleva a 1 000 ml con agua destilada.

- Solución de cloruro estannoso.

Disuelva en caliente 50 g de cloruro estannoso con 380 ml de ácido clorhídrico concentrado. Enfríe y diluya con agua destilada hasta un volumen de 1 000 ml .

- Solución de cloruro mercuríco.

Disuelva 44,2 g de cloruro mercuríco con agua destilada en caliente, enfríe y diluya hasta un volumen de 1 000 ml .

- Difenilamina sulfonato de sodio.

Se disuelven 0,2 g de difenilamina sulfonato de sodio en 100 ml de agua destilada. Se guardan en un frasco ámbar.

- Solución de dicromato de potasio 0,0358 N.

- Solución de dicromato de potasio 0,0179 N.

ESTANDARIZACION

Las soluciones de EDTA y dicromato de potasio fueron estandarizadas utilizando sulfato ferroso amónico hexahidratado y sus concentraciones ajustadas hasta lograr las reportadas.

EQUIPOS

Las valoraciones potenciométricas fueron realizadas utilizando un titrímetro Methrom-Herisaw de fabricación suiza compuesto por un pH-metro E-512, una bureta automática Dosimat E 415, y un generador de impulsos Impulsomat E-473. Los electrodos utilizados fueron un alambre de platino como electrodo indicador, y uno de plata-cloruro de plata como referencia. La agitación se realizó con un agitador magnético.

MÉTODOS

Los métodos utilizados en este trabajo para determinar las concentraciones de hierro fueron: método volumétrico con dicromato de potasio, método potenciométrico semiautomático con dicromato de potasio, método volumétrico con EDTA y potenciométrico semiautomático con EDTA. En todos estos métodos el procedimiento inicial de muestra y disolución es el mismo. Se hace necesario aclarar que este procedimiento se realiza con el objetivo de determinar en la misma disolución los contenidos de níquel, cobalto y hierro y por tanto el mismo no debe ser alterado; además, la normalidad y la molaridad de las soluciones valorantes, así como las alícuotas utilizadas tienen el objetivo de lograr un factor igual a la unidad, para que de esta forma el por ciento de hierro contenido en la muestra sea igual al volumen consumido de solución valorante.

Para todos los métodos son comunes las siguientes operaciones y tratamientos.

- Peso 1,0000 ± 0,0002 g de la muestra y transferirlo cuantitativamente a un beaker de 250 ml .
- Añadir 40 ml de la mezcla ácidos clorhídrico + nítrico.
- Cubrir con un vidrio reloj y evaporar la solución por ebullición en una plancha eléctrica hasta 3 ml aproximadamente.
- Retirar del calor y dejar enfriar.
- Lavar el vidrio reloj y las paredes del beaker con 20-25 ml de agua destilada.
- Transferir cuantitativamente a un volumétrico de 250 ml Enrasar y homogenizar.
- Filtrar, a través de papel de filtro de porosidad media, recibiendo el filtrado en un beaker de 250 ml de capacidad, utilizando las primeras porciones del filtrado para endulzar.

METODO VOLUMETRICO CON DICROMATO DE POTASIO

Se toma una alícuota de 50 ml y se transfiere a un erlenmeyer de 250 ml de capacidad.

Se añaden 10 ml de ácido clorhídrico 1:1 y se calienta hasta que comience la ebullición.

Se añade gota a gota y agitando, solución de cloruro estannoso hasta que desaparezca el color amarillo del cloruro férrico, y se agregan 2 o 3 gotas en exceso; luego se enfría.

Se añaden 40 o 50 ml de agua destilada, 10 ml de solución de cloruro mercurico; se agita y se deja reposar de 3 a 5 minutos; se agregan 15 ml de la mezcla de ácido sulfúrico + fosfórico y 4 o 5 gotas del indicador difenilamina sulfonato de sodio.

Se valora con solución de dicromato de potasio 0,0358 N con una bureta de 50 ml hasta que el indicador se incline hacia la coloración violeta intenso.

El por ciento de hierro se calcula según la fórmula siguiente:

$$\%_{\text{Fe}} = \frac{V \cdot N \cdot 5,585}{m}$$

METODO POTENCIOMETRICO SEMIAUTOMATICO CON DICROMATO DE POTASIO

Se toma una alícuota de 25 ml y se transfiere a un erlenmeyer de 250 ml .

Se añaden 10 ml de ácido clorhídrico 1:1 y se calienta hasta que comience la ebullición.

Se añade gota a gota y agitando, solución de cloruro estannoso hasta que desaparezca el color amarillo; se agregan 2 o 3 gotas en exceso y se enfría.

Se añaden 5 ml de solución de cloruro mercurico, se agita y se deja reposar de 3 a 5 minutos; se agregan 5 ml de la mezcla de ácidos sulfúrico + fosfórico y se transfiere cuantitativamente a un beaker de 250 ml de capacidad, con unos 40-50 ml de agua destilada.

Valore automáticamente con solución de dicromato de potasio 0,0179 N hasta el potencial del punto final. El cálculo se realiza por la fórmula del epígrafe anterior.

METODO VOLUMETRICO CON EDTA

Se toma una alícuota de 25 ml y se transfiere a un erlenmeyer de 250 ml de capacidad.

Se aumenta el volumen con 25 ml de agua destilada y se ajusta el pH entre 2-3 con el buffer acetato-acético.

Se añaden 3 o 4 gotas de la solución indicadora de Tiron, y se valora con una solución de EDTA con una bureta de 50 ml hasta que se produzca el viraje del indicador hacia el amarillo brillante.

El por ciento de hierro se calcula por la fórmula antes señalada.

METODO POTENCIOMETRICO SEMIAUTOMATICO CON EDTA

Tome una alícuota de 25 ml y transfiera esta a un beaker de 250 ml de capacidad.

Aumente el volumen con 25 ml de agua destilada y ajuste el pH entre 2-3 con la solución buffer acetato-acético.

Se valora automáticamente con solución de EDTA hasta el potencial del punto final.

El cálculo se realiza por la fórmula anteriormente presentada.

RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSION

OPTIMIZACION DE LAS CONDICIONES

Se realizaron diversos experimentos previos, con el objetivo de optimizar las condiciones de la valoración con EDTA referente al buffer a emplear y al intervalo de pH adecuado cuando se utiliza la solución acuosa de Tiron como indicador, encontrándose que el buffer adecuado es el acetato-acético y el intervalo de pH adecuado es de 2-3.

Cuando la valoración se efectúa en estas condiciones se observa un cambio bien definido a amarillo brillante al alcanzar el punto de equivalencia. Este cambio se produce con sólo unas pocas gotas del valorante (2 o 3) y además puede detectarse por el operador cuando se está acercando al punto de equivalencia, lo cual permite una mayor reproducibilidad de la operación.

Con el objetivo de realizar una comparación entre el método volumétrico con dicromato de potasio y el método volumétrico con EDTA, para determinar si entre ambos existirían diferencias significativas, se seleccionaron cuatro muestras minerales, las cuales fueron analizadas quintuplicadamente de forma paralela por ambos métodos y los resultados evaluados en cuanto a precisión y exactitud por medio de un análisis de dispersión simple, no encontrándose diferencias significativas para un nivel de significación de un 95 %. Según la Tabla de Fisher, $F(95;4;4) = 6,39$ y $T(95;8) = 2,31$.

Los resultados expresados en por ciento de hierro se presentan a continuación.

TABLA 1. Resultados de la muestra mineral A.

<u>Pesada</u>	<u>K₂Cr₂O₇</u>	<u>EDTA</u>	<u>Dif.</u>
1	37,1	37,1	0,0
2	37,2	37,2	0,0
3	37,0	37,2	- 0,2
4	37,1	37,3	- 0,2
5	37,4	37,2	+ 0,2

TABLA 2. Resultados de la muestra mineral B.

<u>Pesada</u>	<u>K₂Cr₂O₇</u>	<u>EDTA</u>	<u>Dif.</u>
1	38,5	38,4	+ 0,1
2	38,4	38,4	0,0
3	38,6	38,8	- 0,2
4	38,4	38,6	- 0,2
5	38,5	38,4	+ 0,1

TABLA 3. Resultados de la muestra mineral C.

<u>Pesada</u>	<u>K₂Cr₂O₇</u>	<u>EDTA</u>	<u>Dif.</u>
1	41,6	41,8	- 0,2
2	41,2	41,3	- 0,1
3	41,4	41,2	+ 0,2
4	41,5	41,2	+ 0,3
5	41,2	41,4	- 0,2

TABLA 4. Resultados de la muestra mineral D.

<u>Pesada</u>	<u>K₂Cr₂O₇</u>	<u>EDTA</u>	<u>Dif.</u>
1	44,8	44,9	- 0,1
2	44,6	44,2	+ 0,4
3	44,4	44,4	0,0
4	44,6	44,2	+ 0,4
5	44,5	44,7	- 0,2

TABLA 5. Estadígrafos de comparación.

<u>Muestra</u>	<u>F</u>	<u>t</u>
1	4,6	0,48
2	4,6	0,41
3	1,9	0,00
4	4,4	0,58

Puede observarse que en todos los casos los valores de los estadígrafos calculados son menores que los reportados en las tablas y que por tanto no existen diferencias significativas entre los métodos, lo cual posibilita el estudio evaluativo posterior, más detallado y riguroso.

APLICACION DE LOS METODOS PROPUESTOS A MUESTRAS DE LATERITAS Y COMPARACION DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS

Para el desarrollo de esta parte del trabajo fueron seleccionadas 12 muestras de mineral laterítico con concentraciones variables de hierro desde 6 hasta 47 %, lo cual cubre el intervalo típico de concentración.

Las muestras fueron analizadas por quintuplicado de forma paralela en todos los casos. Diez de estas muestras fueron analizadas utilizando los siguientes métodos: volumétricamente con EDTA, volumétricamente con dicromato de potasio y potenciométricamente con dicromato de potasio. Los resultados obtenidos fueron evaluados estadísticamente utilizando el análisis de dispersión simple para determinar si no existen diferencias significativas entre los medios comparados y el error casual de los métodos. Las dos muestras restantes fueron analizadas igualmente por quintuplicado empleando los tres métodos anteriormente nombrados, y además el método potenciométrico con EDTA, siendo evaluados los resultados por el mismo método y con idéntico objetivo.

Según la metodología estadística, los estadígrafos de comparación calculados deben ser menores que los teóricos para poder afirmar que no existen diferencias significativas. En este caso, se utiliza el estadígrafo X^2 de la distribución Chi-cuadrada para evaluar la no existencia de diferentes significativos para el error casual de los métodos y el estadígrafo F para las medias comparadas.

Para el caso de las diez muestras analizadas por los tres métodos $X^2(95; 2) = 5,99$ y $F(99; 2; 12) = 6,93$ y en el caso de las dos muestras analizadas por los cuatro métodos $X^2(95; 3) = 7,81$ y $F(99; 3; 16) = 5,29$.

A continuación se muestran los resultados obtenidos para las 10 muestras de mineral laterítico por los tres métodos.

TABLA 6. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 1.

	<u>Vedta</u>	<u>Vdicrom</u>	<u>Pdicrom</u>
	6,8	6,9	6,8
	6,6	6,7	6,7
	6,5	6,7	6,6
	6,4	6,7	6,8
	6,5	6,7	6,8
\bar{X}	6,5	6,7	6,7

TABLA 7. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 2.

	<u>Vedta</u>	<u>Vdicrom</u>	<u>Pdicrom</u>
	7,1	7,4	7,2
	7,4	7,2	7,1
	7,6	7,7	7,3
	7,6	7,4	7,4
	7,1	7,7	7,5
\bar{X}	7,3	7,4	7,3

TABLA 8. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 3.

	<u>Vedta</u>	<u>Vdicrom</u>	<u>Pdicrom</u>
	8,6	8,6	8,9
	8,0	8,6	8,3
	8,5	8,6	8,6
	8,5	8,4	8,4
	8,3	8,8	8,4
\bar{X}	8,3	8,6	8,5

TABLA 9. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 4.

	<u>Vedta</u>	<u>Vdicrom</u>	<u>Pdicrom</u>
	23,6	22,8	22,9
	22,6	22,7	23,0
	22,2	22,9	22,8
	23,1	22,6	22,5
	23,3	23,2	23,1
\bar{X}	22,9	22,8	22,8

TABLA 10. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 5.

	<u>Vedta</u>	<u>Vdicrom</u>	<u>Pdicrom</u>
	25,3	25,8	25,7
	25,6	25,8	26,0
	25,6	25,8	26,0
	25,5	26,2	25,5
	25,6	25,9	25,7
X	25,5	25,9	25,7

TABLA 11. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 6.

	<u>Vedta</u>	<u>Vdicrom</u>	<u>Pdicrom</u>
	30,6	31,0	31,8
	30,1	30,9	31,4
	31,6	30,7	31,8
	31,6	30,7	31,1
	32,1	30,7	31,3
X	31,2	30,8	31,5

TABLA 12. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 7.

	<u>Vedta</u>	<u>Vdicrom</u>	<u>Pdicrom</u>
	34,6	34,3	34,3
	33,3	33,5	34,1
	34,6	33,8	33,7
	34,4	33,6	33,6
	33,8	33,5	33,7
X	34,1	33,7	33,9

TABLA 13. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 8.

	<u>Vedta</u>	<u>Vdicrom</u>	<u>Pdicrom</u>
	35,6	35,1	36,1
	35,5	35,6	35,5
	35,6	35,4	35,1
	35,7	35,3	35,4
	35,1	35,1	35,6
X	35,5	35,3	35,5

TABLA 14. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 9.

	<u>Vedta</u>	<u>Vdicrom</u>	<u>Pdicrom</u>
	36,6	36,0	37,3
	36,3	36,6	36,9
	37,1	36,6	36,8
	36,6	36,4	37,5
	36,0	37,3	36,7
X	36,5	36,6	37,0

TABLA 15. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 10.

	<u>Vedta</u>	<u>Vdicrom</u>	<u>Pdicrom</u>
	47,2	46,7	47,5
	47,0	47,0	47,3
	47,2	47,1	46,9
	47,1	46,3	46,9
	46,9	47,3	47,3
X	47,0	46,9	47,2

TABLA 16. Estadígrafos de comparación.

Muestra	\bar{X}^2	F
1	1,60	4,15
2	0,83	0,93
3	1,24	1,39
4	4,51	0,15
5	1,68	5,87
6	3,61	1,73
7	1,98	1,15
8	1,39	1,06
9	0,63	3,45
10	4,04	1,45

Se puede afirmar que no existen diferencias significativas para el error casual de los métodos, ni para las medias comparadas de los diferentes niveles de concentración.

Seguidamente fueron analizadas las dos muestras restantes por los métodos volumétricos y potenciométricos con EDTA y dicromato de potasio respectivamente, cuyos resultados se presentan a continuación.

TABLA 17. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 11.

	Vedta	Vdicrom	Pdicrom	Pedta
	23,2	23,2	24,2	22,1
	22,6	23,0	23,9	22,6
	23,6	22,9	23,3	22,4
	23,6	23,2	23,3	23,4
	23,6	23,1	23,3	23,2
\bar{X}	23,3	23,0	23,6	22,7

TABLA 18. Resultados expresados en por ciento de Fe de la muestra 12.

	Vedta	Vdicrom	Pdicrom	Pedta
	46,2	45,8	45,9	46,7
	46,2	46,3	45,6	45,4
	47,2	46,1	45,2	45,7
	46,7	46,4	45,6	45,7
	47,7	46,3	45,4	46,3
\bar{X}	46,8	46,2	45,5	46,0

TABLA 19. Estadígrafos de comparación.

Muestra	\bar{X}^2	F
11	6,99	2,32
12	1,19	5,15

Se puede afirmar que no existen diferencias significativas en el error casual de los métodos, así como para las medidas comparadas.

OPTIMIZACION DE VOLUMEN DE SOLUCION
BUFFER A AÑADIR EN EL METODO
VOLUMETRICO CON EDTA

Esta optimización se realiza con el objetivo de adecuar el método volumétrico de determinación de Fe en mineral laterítico a las exigencias de los métodos de rutina, en los cuales es necesario normar cada una de las adiciones de reactivos a un volumen fijo.

Para la cumplimentación de este objetivo se seleccionaron 6 muestras de minerales que abarcan los intervalos de concentraciones típicas, así como también una muestra de mineral reducido y otra de mineral reducido y lixiviado.

Estas muestras fueron analizadas previamente por el método volumétrico con dicromato de potasio y se obtuvieron los siguientes resultados: 4,6; 12,9; 36,0; 41,0; 50,0; 41,1 y 50,2, respectivamente, para cada una de las muestras.

Se determinó que el volumen óptimo de solución buffer que se ha de añadir es de 10 ml y que variaciones de ± 1 ml no alteran significativamente el resultado. En la tabla las seis primeras muestras corresponden a las muestras de mineral laterítico, la muestra 8 a mineral reducido y la 7 a mineral reducido y lixiviado.

TABLA 20. Resultados de la optimización del volumen de solución buffer que hay que añadir.

ml de buffer	Muestras							
	1	2	3	4	5	6	7	8
8	4,1	12,2	26,3	35,1	40,5	49,2	40,6	50,0
9	4,5	12,6	26,8	35,8	41,1	50,2	41,2	50,2
10	4,6	12,8	26,9	36,0	41,1	50,1	41,1	50,3
11	4,6	12,9	27,1	36,0	40,9	50,0	41,2	50,5
12	4,8	13,7	27,4	36,8	41,8	50,8	41,8	51,3

Esta optimización permite que el análisis volumétrico con EDTA sea aun más rápido y sencillo, lo cual lo hace idóneo para los análisis de rutina en los laboratorios de minería, en concordancia con los requerimientos de precisión y exactitud establecidos.

El método de rutina propuesto sería como se describe a continuación:

- Pese 1,0000 \pm 0,0002 g de la muestra.
- Transfiera cuantitativamente a un beaker de 250 ml .

- Añada 40 ml de la mezcla de ácidos clorhídrico + nítrico.
- Cubra con un vidrio reloj y lleve sobre una plancha hasta unos 3 ml por ebullición.
- Retire del calor y deje enfriar.
- Lave el vidrio reloj y las paredes del beaker con unos 25 ml de agua destilada.
- Transfiera cuantitativamente a un volumétrico de 250 ml de capacidad, enrase y homogenice.
- Filtre a través de papel filtro de porosidad media, recibiendo el filtrado en un beaker de 250 ml de capacidad, utilizando las primeras porciones del filtrado para endulzar.
- Tome una alícuota de 25 ml, transfiera a un erlenmeyer de 250 de capacidad y aumente el volumen con unos 25 ml de agua destilada.
- Añada 10 ml del buffer acetato-acético.
- Añada 3 o 4 gotas de la solución indicadora de Tiron.
- Valore con solución de EDTA 0,0180 M hasta viraje a amarillo brillante. El por ciento de hierro es igual a los ml consumidos en la valoración.

CALCULO DE LA REPETIBILIDAD DEL METODO VOLUMETRICO CON EDTA

La repetibilidad fue calculada en cada uno de los intervalos de concentración típicos de mineral laterítico y en fase de procesamiento. Para cumplimentar este punto, cada una de las muestras fue pesada siete veces y valorada por triplicado, por el método de rutina propuesto, para calcular la repetibilidad sobre la base del recorrido R_1 .

TABLA 21. Resultados experimentales de la muestra no. 1 en por ciento de Fe.

Pesada	Alícuota			R _i
	1	2	3	
1	4,6	4,7	4,7	0,1
2	4,6	4,8	4,7	0,2
3	4,6	4,6	4,8	0,2
4	4,5	4,7	4,7	0,2
5	4,5	4,7	4,6	0,2
6	4,6	4,6	4,7	0,1
7	4,7	4,7	4,7	0,0

TABLA 22. Resultados experimentales de la muestra no. 2 en por ciento de Fe.

Pesada	Alícuota			R _i
	1	2	3	
1	13,0	13,3	13,0	0,3
2	12,7	12,8	12,8	0,1
3	12,7	12,6	12,7	0,1
4	13,1	13,0	12,7	0,4
5	13,0	12,8	12,9	0,2
6	12,9	12,8	13,0	0,2
7	12,2	12,8	12,9	0,4

TABLA 23. Resultados experimentales de la muestra no. 3 en por ciento de Fe.

Pesada	Alícuota			R _i
	1	2	3	
1	27,1	27,3	27,0	0,3
2	26,8	27,0	26,9	0,2
3	37,0	26,9	26,8	0,2
4	26,8	26,5	26,4	0,4
5	26,8	27,0	26,8	0,5
6	27,1	26,5	27,2	0,7
7	26,8	27,0	26,8	0,2

TABLA 24. Resultados experimentales de la muestra no. 4 en por ciento de Fe.

Pesada	Alícuota			R _i
	1	2	3	
1	35,8	35,5	35,6	0,3
2	35,4	35,8	36,0	0,6
3	35,8	36,3	36,0	0,5
4	36,4	36,0	35,5	0,5
5	35,8	36,1	35,8	0,3
6	35,9	36,0	36,1	0,2
7	35,8	36,1	35,8	0,3

TABLA 25. Resultados experimentales de la muestra no. 5 en por ciento de Fe.

Pesada	Alícuota			R_i
	1	2	3	
1	41,2	40,9	41,1	0,3
2	41,0	41,3	41,6	0,6
3	40,7	40,9	40,9	0,2
4	41,3	40,8	41,1	0,5
5	41,0	40,9	40,9	0,2
6	40,9	40,8	40,9	0,1
7	41,1	40,8	41,3	0,5

TABLA 26. Resultados experimentales de la muestra no. 6 en por ciento de Fe.

Pesada	Alícuota			R_i
	1	2	3	
1	49,5	49,8	49,7	0,3
2	50,0	50,1	50,3	0,3
3	49,7	50,3	50,0	0,6
4	49,7	50,0	49,8	0,3
5	49,5	50,3	50,1	0,8
6	50,0	50,0	50,0	0,0
7	49,9	49,8	49,9	0,1

TABLA 27. Resultados experimentales de la muestra no. 7 en por ciento de Fe.

Pesada	Alícuota			R_i
	1	2	3	
1	41,2	40,9	41,1	0,3
2	41,0	41,3	41,6	0,6
3	30,7	40,9	40,9	0,2
4	41,3	40,8	41,1	0,5
5	41,0	40,9	40,9	0,2
6	40,9	40,8	40,9	0,1
7	41,1	40,8	41,3	0,5

TABLA 28. Resultados experimentales de la muestra no. 8 en por ciento de Fe.

Pesada	Alícuota			R_i
	1	2	3	
1	49,5	49,8	49,7	0,3
2	50,0	50,3	50,3	0,3
3	49,7	50,3	50,0	0,6
4	49,7	50,0	49,8	0,3
5	49,5	50,3	50,1	0,8
6	50,0	50,0	50,0	0,0
7	49,9	49,8	49,9	0,1

TABLA 29: Comparación de las repetibilidades.

<u>Nivel de concentración</u>	<u>Tipo de muestra</u>	Rt <u>Vdicrom</u>	Rt <u>Vedta</u>
10 %	Mineral	0,4	0,2
10-20 %	Mineral	0,5	0,4
20-30 %	Mineral	0,6	0,6
30-40 %	Mineral	0,6	0,6
40-50 %	Mineral	0,7	0,6
50 %	Mineral	0,9	0,6
40-50 %	Mineral reducido lixiviado	0,6	0,4
40-50 %	Mineral reducido lixiviado	0,6	0,5

Puede apreciarse en la tabla anterior que las repetibilidades obtenidas por el método volumétrico con EDTA en todos los niveles de concentración y tipos de muestra son menores e iguales que las determinadas en trabajos anteriores para el método volumétrico con dicromato de potasio. Esto nos permite afirmar que el método puede ser aplicado sin que por ello tengan que ser variados los intervalos de confianza fijados para el control de calidad.

EVALUACION ECONOMICA

La evaluación económica se realiza comparativamente entre el método de rutina propuesto, determinación volumétrica con EDTA y Tiron como indicador, con el método actual de determinación volumétrica con dicromato de potasio sobre la base del costo de los reactivos consumidos en la valoración de 1 000 muestras, con un contenido promedio de un 40 % de hierro.

	<u>Vdicrom</u>	<u>Vedta</u>
H ₂ SO ₄	2,3 l	CH ₃ COO Na 500 g
H ₃ PO ₄	2,3 l	CH ₃ COO H 350 ml
HCl	5,4 l	Indicador 10 g
H ₂ Cl ₂	440 g	EDTA 240 g
SnCl ₂	50 g	
K ₂ Cr ₂ O ₇	70 g	
Indicador	1 h	

El costo de los reactivos consumidos por el método volumétrico con dicromato de potasio es de \$ 80,08 y el método volumétrico con EDTA es de \$ 34,21, lo cual demuestra la ventaja de este último.

CONCLUSIONES

Se compararon los resultados obtenidos en la determinación de hierro en las muestras de mineral laterítico seleccionadas, con los métodos volumétricos, así como por valoración potenciométrica con ambos agentes valorantes, aplicando el análisis de dispersión simple, sin encontrarse diferencias significativas entre las medias.

Se elaboró un método volumétrico con EDTA de determinación de hierro en mineral laterítico utilizando Tiron como indicador, que responde a las exigencias de los métodos de rutina.

Se elaboraron los métodos potenciométricos semiautomáticos de determinación volumétrica de hierro en mineral laterítico con dicromato de potasio y con EDTA como agentes valorantes.

Fue calculada la repetibilidad del método de rutina propuesto, determinación volumétrica de hierro con EDTA y Tiron como indicador, para los diferentes niveles de concentración de muestras de mineral laterítico y en fase de procesamiento, no encontrándose diferencias significativas con las correspondientes con el método volumétrico con dicromato de potasio.

Queda demostrada la posibilidad de automatizar las valoraciones para la determinación de hierro, tanto con dicromato de potasio como utilizando EDTA como valorante.

Se recomienda la utilización del método de determinación volumétrica de hierro con EDTA, usando Tiron como indicador en mineral laterítico, ya que el mismo es más rápido, sencillo y económico que el método habitual con dicromato de potasio.

REFERENCIAS

1. FLASCHKA, H. A.: EDTA Titrations. Pergamon Press Inc, New York, 1964.
2. Norma Sectorial NS 01-10-02 "Determinación volumétrica de hierro en mineral laterítico. Método del dicromato de potasio". 1974.
3. NUÑEZ, F.: "Estudio del método complejométrico de determinación de Fe con EDTA en mineral laterítico". Investigación Laboratorio Central ECRRL. Nicaro, 1978.
4. SCHWARZENBACH, G.: Complexometric Titrations. Methuen and Co. Ltd., London, 1957.

CDU: 621.311:621.314/ 316.3 (729.16)

OPTIMIZACION DE LA COMPENSACION DE LA POTENCIA REACTIVA EN LA EMPRESA "COMANDANTE PEDRO SOTTO ALBA" MEDIANTE LA PROGRAMACION DINAMICA

RESUMEN

En el presente trabajo se perfecciona la elección de los bancos de condensadores para la compensación de la potencia reactiva de la Empresa "Comandante Pedro Sotto Alba", el cálculo de su potencia y el lugar de la colocación de los mismos en el esquema de distribución de la energía eléctrica, mediante la aplicación del método de la programación dinámica en una computadora, con el objetivo de elevar el $\cos \varphi$ de la empresa hasta el valor normado por el sistema energético nacional.

El cálculo realizado y la variante propuesta aseguran el mínimo de inversiones básicas para la instalación de los condensadores con el máximo efecto económico alcanzado, que se refleja en la disminución de las pérdidas de tensión y de la potencia en los elementos de la red.

REVISTA MINERIA Y GEOLOGIA, 3-84