

**PRÁCTICA 9: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIERRO EN UNA MUESTRAS DE ACERO.  
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE OXIDO DE HIERRO EN UNA MUESTRA DE CEMENTO**

INTRODUCCIÓN

El acero al carbón es una aleación compuesta principalmente por hierro, pero además contiene carbono, silicio, azufre, fósforo y manganeso. Para propósitos especiales, se puede variar el contenido de otros elementos como cromo, vanadio, molibdeno, titanio, níquel, cobalto, zirconio y cobre.

El cemento está compuesto por sílice, alúmina, óxido de hierro y pequeñas cantidades de óxidos de metales alcalinos.

Estos dos materiales pueden analizarse para determinar la cantidad de hierro presente. Cada material se disolverá mediante un procedimiento adecuado y se realizará una titulación del hierro con dicromato de potasio, mediante una reacción redox.

El dicromato de potasio NO ES UN PATRÓN PRIMARIO por lo tanto debe estandarizarse antes de utilizarlo para titular soluciones de hierro (II).

INVESTIGAR PARA EL FUNDAMENTO TEÓRICO.

Se deben revisar los siguientes conceptos: reacciones de oxido-reducción, valoraciones redox, indicadores en valoraciones redox, valoraciones con dicromato de potasio, composición y propiedades del acero y del cemento.

PROCEDIMIENTO

PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE DICROMATO DE POTASIO

- Pese 4,9 g de dicromato de potasio
- Transfiera a un balón de 1 L
- Añada agua destilada para disolver.
- Una vez disuelto, complete a volumen con agua destilada
- Homogenice la solución.
- Esta solución debe estandarizarse con solución patrón de hierro (II): sulfato de hierro (II) y amonio patrón primario

PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN INDICADORA DE DIFENILAMINA

- Pese 1 g de difenilamina
- Disuelva en ácido sulfúrico concentrado
- Complete con ácido sulfúrico concentrado hasta un volumen de 100 mL

#### ESTANDARIZACIÓN DEL DICROMATO DE POTASIO.

- Pese (al 0,0001 g) 3,4 g de sulfato de hierro (II) y amonio hexa hidratado (alumbre ferroso)
- Añada 80 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 5 %
- Transfiera **cuantitativamente** a un balón aforado de 100 mL
- Enrase con agua destilada y homogenice la solución.
- Cure un vaso de precipitados pequeño y una pipeta volumétrica de 10 mL con la solución hierro (II).
- Tome una alícuota de 10 mL y añada 1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 5 % y 1 mL de indicador (difenilamina)
- Cure una bureta con la solución de dicromato de potasio
- Llene la bureta hasta la marca de cero. Tenga cuidado que no queden burbujas de aire en la punta de la bureta
- Titule la alícuota con la solución de dicromato de potasio hasta el cambio de color del indicador. (azul a violeta) Anote el volumen gastado.
- Llene nuevamente la bureta con la solución de dicromato de potasio
- Titule otras dos alícuotas de la solución de hierro

#### ANÁLISIS DE UNA MUESTRA DE ACERO.

- Pese en un vaso de precipitados de 250 mL (al 0,0001 g) 0,3 g de aleación.
- Añada 5 a 10 mL de HCl concentrado y caliente en una plancha de calentamiento (¡En la campana: los vapores de HCl son tóxicos !)
- Caliente hasta disolver, evitando que se seque.
- Filtre mientras está caliente y deje enfriar.
- Transfiera **cuantitativamente** a un balón aforado de 250 mL y lleve a volumen con agua destilada.
- Cure un vaso de precipitados pequeño y una pipeta volumétrica de 10 mL.
- Tome una alícuota de 10 mL y colóquela en una fiola de 250 mL
- Añada 1 mL de HCl concentrado
- Caliente hasta hervir (¡en la campana!) y añada (en caliente) cloruro de estaño (II) gota a gota hasta cambio de color de la solución.
- Deje enfriar.
- Añada solución de cloruro de mercurio (II) gota a gota, agitando constantemente, hasta que aparezca una ligera turbidez.
- Añada 1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 5 % y 1 mL de indicador (difenilamina)
- Cure una bureta con la solución de dicromato de potasio
- Llene la bureta hasta la marca de cero. Tenga cuidado que no queden burbujas de aire en la punta de la bureta
- Titule la alícuota con la solución de dicromato de potasio hasta que la solución cambie de verde a azul púrpura y el color permanezca 30 segundos.
- Llene nuevamente la bureta con la solución de dicromato de potasio
- Titule otras dos alícuotas de la solución de acero

### ANÁLISIS DE UNA MUESTRA DE CEMENTO

- Pese en un vaso de precipitados de 400 mL (al 0,0001 g) 1 g de cemento.
- Añada 20 mL de agua destilada.
- Añada 10 a 15 mL de HCl concentrado y mezcle con una varilla de vidrio.
- Caliente en un una plancha de calentamiento (¡En la campana: los vapores de HCl son tóxicos !)
- Añada (en caliente) solución de cloruro de estaño (II) **gota a gota** hasta decoloración de la solución. Añada 1 gota en exceso.
- Deje enfriar a temperatura ambiente. Lave las paredes del vaso con agua destilada.
- Añada solución saturada de cloruro de mercurio (II) gota a gota, agitando constantemente, hasta que aparezca una ligera turbidez. (aproximadamente 10 mL). Agite vigorosamente durante 1 minuto.
- Añada 15 mL de la mezcla de  $H_3PO_4$  -  $H_2SO_4$
- Diluya hasta 150 ml (aproximadamente) con agua destilada fría.
- Añada 3 gotas de indicador (difenilamina)
- Cure una bureta con la solución de dicromato de potasio
- Llene la bureta hasta la marca de cero. Tenga cuidado que no queden burbujas de aire en la punta de la bureta
- Titule con la solución de dicromato de potasio hasta que la solución cambie de verde a azul púrpura y el color permanezca 30 segundos.

### CÁLCULOS

#### ESTANDARIZACIÓN DEL DICROMATO DE POTASIO:

- Determine la concentración de dicromato de potasio a partir de los datos de la titulación con sulfato de hierro (II) y amonio.
- Reporte la concentración promedio  $\pm$  desviación estándar Puede reportar la concentración molar (en mol/L) o normal (eq/L)

#### CONCENTRACIÓN DE HIERRO EN LA MUESTRA

- Determine el contenido de hierro en la muestra y reporte en % m/m. en la muestra original