

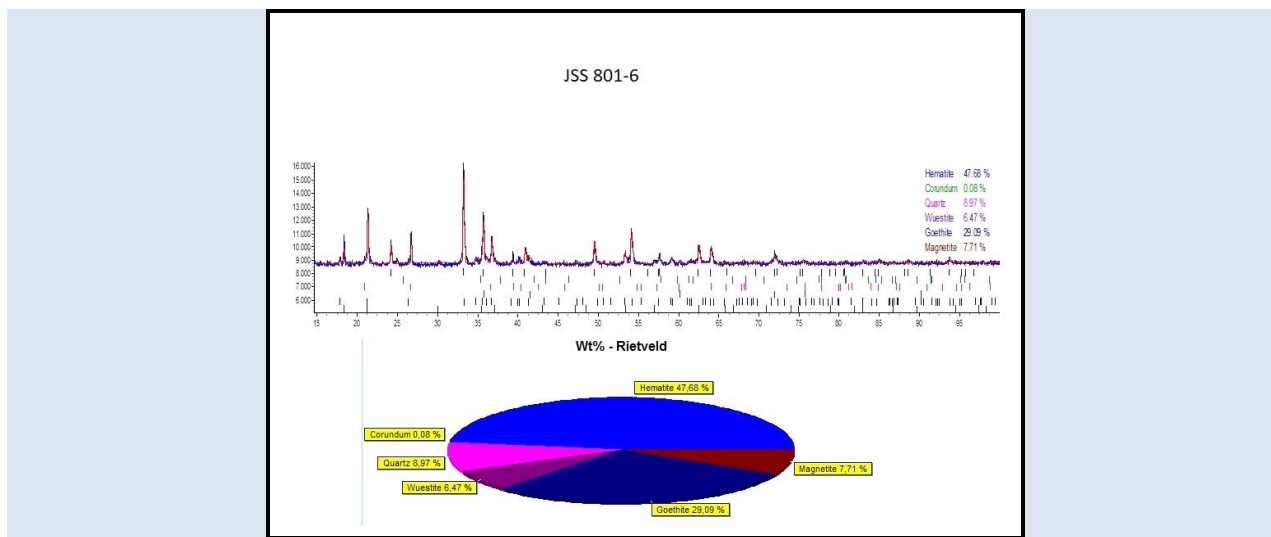
CUANTIFICACIÓN DE HIERRO TOTAL EN MUESTRAS DE MINERAL DE HIERRO A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Josué Mago^{1*}, Rafael Guevara¹, Iremis Cedeño²

1: Laboratorio de Materiales de la empresa Servolab C.A., Puerto Ordaz, Venezuela.

2: Universidad Nororiental Privada Antonio José de Sucre, Puerto Ordaz, Venezuela.

* e-mail: operaciones@servolab.com.ve



RESUMEN

El siguiente trabajo consiste en el desarrollo de un método con el propósito de obtener el porcentaje de hierro total en muestras de mineral de hierro mediante la técnica de Difracción de rayos X. Para lograrlo se realizaron análisis en un difractómetro de rayos X y se analizaron los resultados de forma cuantitativa a través de softwares especializados. La variabilidad de las características mineralógicas y estructurales que están presentes en el mineral de hierro obtenido de las diferentes áreas de explotación en la mina no pueden ser identificadas con las técnicas de caracterización tradicionales, no es suficiente con identificar el porcentaje de Hierro total como normalmente se ha establecido, sino que es importante determinar las fases cristalinas en que se encuentra el Hierro en la naturaleza. Esta investigación es de tipo descriptiva y sigue un diseño experimental. Se utilizaron 6 muestras patrón de mineral de hierro y con la finalidad de establecer un patrón y cumplir con los requerimientos para el análisis estadístico que sustentó y validó la técnica, se repitió el análisis de cada muestra 5 veces, se comprobó que el instrumento se encontraba calibrado. Los resultados obtenidos demostraron la factibilidad de realizar este análisis mediante la técnica en cuestión.

Palabras Claves: Difracción, Ferromagnético, Hierro, Longitud de onda, Mineral, Muestra, Policristal, Rayos X

QUANTIFICATION OF TOTAL IRON IN SAMPLES OF IRON ORE THROUGH THE X-RAY DIFFRACTION TECHNIQUE

ABSTRACT

The following work consists of the development of a method with the purpose of obtaining the percentage of total iron in iron ore samples by means of the X-ray diffraction technique. To achieve this, analyzes were carried out in an X-ray diffractometer and the results quantitatively through specialized software. The

variability of the mineralogical and structural characteristics that are present in the iron ore obtained from the different exploitation areas in the mine, cannot be identified with traditional characterization techniques, it is not enough to identify the percentage of total iron as normally has been established, but it is important to determine the crystalline phases where iron is found in nature. This research is descriptive and follows an experimental design. 6 standard samples of iron ore were used. In order to establish a pattern and meet the requirements for the statistical analysis that supported and validated the technique, the analysis of each sample was repeated 5 times. It also showed that the instrument is calibrated. The results obtained demonstrated the feasibility of performing this analysis using the technique in question.

Keywords: *Diffraction, Ferromagnetic, Iron, Wavelength, Mineral, Sample, Polycrystal, X-rays.*

1. INTRODUCCIÓN

La técnica analítica tradicionalmente utilizada para la determinación de Hierro total es análisis por vía húmeda (Digestión ácida). Esta consiste fundamentalmente en el uso de reactivos químicos tóxicos y ácidos corrosivos, para tratar la muestra. Este procedimiento genera residuos peligrosos que se traducen en pasivos ambientales, elevados costos de consumible y además de un mayor número de profesionales para realizar dichos análisis, aunado a esto el largo tiempo de análisis, por consiguiente, mayor tiempo de respuesta al momento de reportar el porcentaje de Hierro en la muestra. Por otra parte, se utiliza la técnica de espectroscopia de fluorescencia de rayos X con la cual solo se obtiene información elemental de la muestra y requiere curvas de calibración, para lo cual se necesitan estándares certificados de altos costos. Cabe destacar que la importancia de esta investigación se fundamenta no solo en la identificación de las fases cristalinas y amorfas de las muestras a través de difracción de rayos X de muestras policristalinas sino en utilizar el método de *Rietveld* para la cuantificación de las fases presentes en el mineral de hierro. Con esta información se tomarán medidas correctivas para el balance químico del mineral de hierro y darle las características de acuerdo a las necesidades requeridas.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Selección y preparación de las muestras

Para el desarrollo de esta investigación se utilizaron 6 muestras estándar para realizar el análisis. En la tabla 1 se muestra el % de hierro total certificado de cada muestra.

Tabla 1. Porcentajes de hierro total certificado

ESTANDAR	% FE T
JSS 803-6	65,50
JSS 805-1	68,04
NIST 692	59,58
NIST 693	65,11
JSS 801-6	61,75
JSS 805-2	66,22

Posteriormente se inició la preparación limpiando el portamuestras con agua y secando levemente con un paño de microfibra, se procede a esparcir el mineral en el portamuestras, luego se debe presionar la muestra con el fin de que quede compacta, una vez compacta la muestra, se retira el excedente con un portaobjeto de vidrio. Una vez lista la muestra se procede a introducir en el difractómetro.

2.2. Geometría interna del equipo.

Los parámetros de la geometría interna del difractómetro fueron los siguientes: Rendija dispersiva: 1 mm,

Knife slit: 3 mm, Rendija soller: 2.5 mm, Filtro de Níquel, Detector Lynxeye Bruker.

2.3.- Parámetros del software *Diffraction Commander* del equipo D2 PHASER

Los parámetros del software de adquisición de datos del difractómetro fueron los siguientes: Rotación: 20 rpm, Tubo Rx: 30 kv/ 10 ma, Time: 1.00, 2 theta start: 10° - finish 100°, Incremento: 0.02, Apertura: 5°.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Difractogramas

Se obtuvieron 5 difractogramas para cada una de las muestras estándar seleccionadas, la figura 1 muestra uno de ellos, a manera de ejemplo.

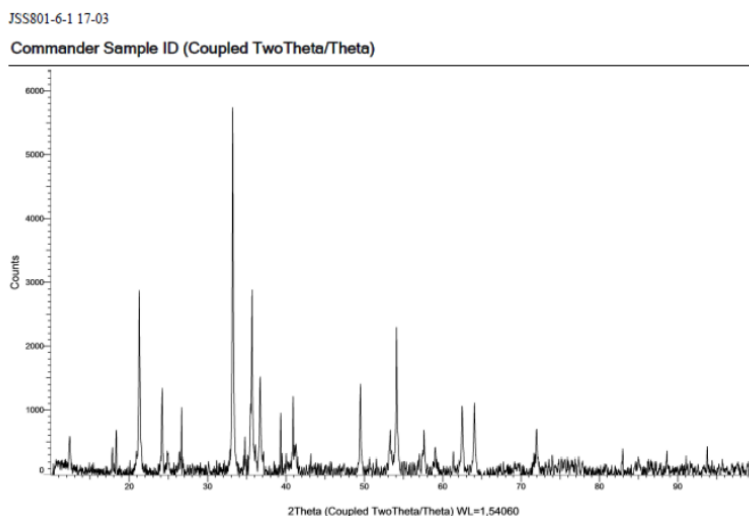


Figura 1. Difractograma de la muestra JSS 801-6, ensayo 1

3.2. Identificación de fases y análisis cualitativo

La identificación de cada difractograma obtenido se realizó mediante el software *DiffraSuite Eva*, la Figura 2 presenta los resultados obtenidos a partir de la figura 1.

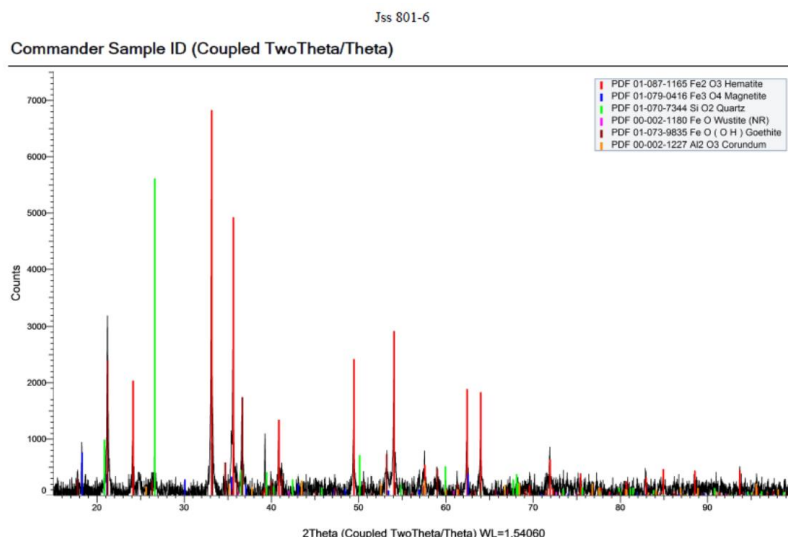


Figura 2. Difractograma de la muestra JSS 801-6, identificando fases presentes, mediante el software *DiffraSuite Eva*

La cuantificación de las fases se realizó empleando el método de *Rietveld* que consiste en un ajuste teórico del patrón de difracción aplicando un modelo matemático que incluye factores estructurales y experimentales, mediante el software *DIFFRAC.TOPAS* (Figura 3).

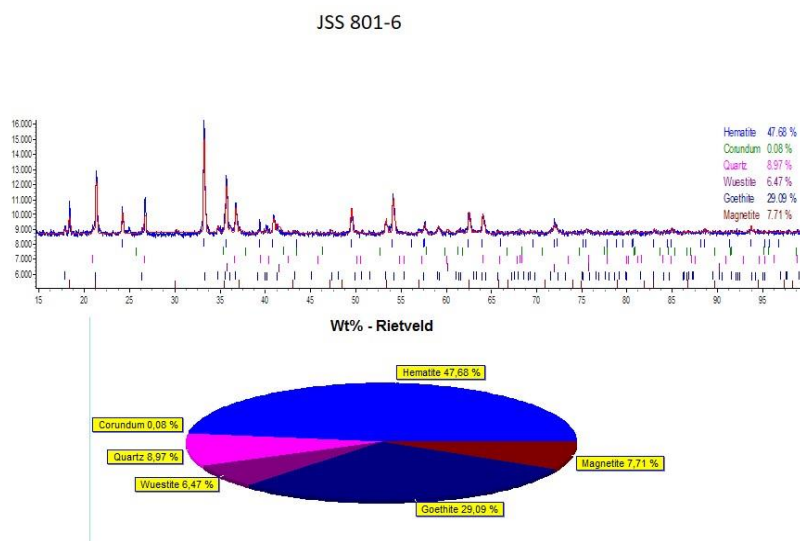


Figura 3. Representación de la cuantificación de la muestra JSS 801-6

3.3. Descripción del análisis cuantitativo

Para realizar el cálculo del factor de conversión se deben tomar en cuenta los pesos atómicos de los elementos que componen las fases en estudio, por ejemplo, Hematita (Hierro 56 y Oxígeno 16), el propósito de esto es conocer el porcentaje de hierro de cada fase.

$$\text{masa total} = (56 \times 2) + (16 \times 3) = 160 \text{ g mol}$$

$$\% \text{ hierro} = ((56 \times 2)) / 160 = 0.7$$

Luego de obtenidos los valores de los factores de conversión para las diferentes fases se multiplicaron los porcentajes de las fases obtenidas mediante el software de cuantificación por factores de conversión. Posteriormente se sumaron los porcentajes de hierro total de cada fase a fin de obtener el porcentaje de hierro de toda la muestra analizada.

4. CONCLUSIONES

De esta investigación se concluye que el método de cuantificación de hierro total en muestras de mineral de hierro a través de la técnica de difracción de rayos X, demuestra una buena precisión y exactitud en sus resultados y eficacia en tiempo y recursos. Los resultados del análisis estadístico, y la comparación del valor de hierro total del certificado y el valor promedio obtenido en el laboratorio para cada muestra, demostraron que no hubo diferencias significativa entre ellos, validando la implementación del método.

5. REFERENCIAS

- [1]. <http://geologiavenezolana.blogspot.com/2010/10/recursos-minerales-de-venezuela.html>
- [2]. <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/pertab/fe.html>

- [3]. Mottana A, Crespi R. & Liborio G. Minerales y Rocas, Guías de la naturaleza. Barcelona. Editorial Grijalbo. 1978.
- [4]. Jenkins R, Snyder R, Introduction to X-ray powder diffractometry, 132. 1996. p. 47-94.
- [5]. Cullity BD, Elements of X-ray diffraction, Second edition, 1978 p. 81-99.
- [6]. Depool R, Monasterio D, Probabilidad y estadística, aplicaciones a la ingeniería. 2013.