

Application Bulletin

De interés para:	Química analítica general, metales / galvanizado, hierro, baño de decapado, Fe ²⁺ , Fe ³⁺ , acero	P 1, 10
------------------	---	---------

Determinación de Fe²⁺, Fe³⁺, ácido libre y total en un baño de decapado (industria del acero)

Resumen

Los baños de decapado ácidos se utilizan para eliminar el óxido y limpiar la superficie de distintos tipos de acero. Para mantener el baño en un estado óptimo, es necesario mantener las relaciones Fe²⁺/Fe³⁺ y ácido libre/ácido total dentro de unos límites determinados. Las sustancias auxiliares, tales como el peróxido de hidrógeno, se agregan para influir en la relación Fe²⁺/Fe³⁺ y así en la actividad del baño.

La calidad de los productos acabados depende directamente de la composición correcta de los baños de decapado. Si estos parámetros se mantienen dentro de la gama óptima se conseguirá una calidad mayor permanentemente y, al mismo tiempo, se reducirán los costes debido a unos consumos de reactivos menores.

El presente boletín describe el control de un baño de decapado en la industria del acero. ProcessLab ofrece una solución que evalúa automáticamente los parámetros del baño deseados (ácido libre, ácido total, Fe²⁺ y Fe³⁺). Debido a la flexibilidad ofrecida por ProcessLab es muy fácil integrar la determinación del peróxido de hidrógeno.

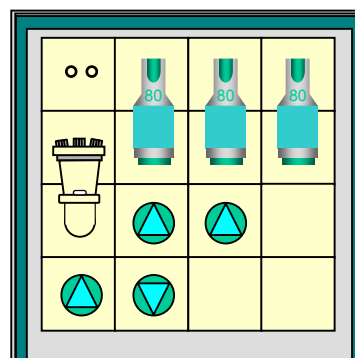
Características/información general

- Los cuatro parámetros en un solo sistema
- Análisis pulsando un solo botón
- Sencillo manejo, incluso por personal semicalificado
- Retroalimentación directa de los resultados de medida al sistema de control de procesos
- Sirve para distintos tipos de baños sin coste adicional
- Es posible medir parámetros adicionales sin coste adicional (p.ej. H₂O₂)
- El método puede utilizarse también en el laboratorio

Equipo utilizado

- 1 x 2.875.0010 Unidad de base ProcessLab 875 con bisagra a la izquierda, 1 Metrohm Dosing & Measuring Controller (incluyendo IPC, controlador I/O y pantalla TFT/terminal con teclado)
- 2 x 6.7201.000; Amplificador de medida
- 3 x 2.800.0010; Dosino 800
- 2 x 6.3032.220; Bureta 20 mL
- 1 x 6.3032.210; Bureta 10 mL
- 2 x 6.7205.030; Bomba peristáltica 320 mL/min
- 2 x 6.7205.020; Bomba peristáltica 120 mL/min
- 1 x 6.0259.100; Unitrode
- 1 x 6.0451.100; Electrodo combinado de anillo de Pt
- 1 x 6.7202.100; Entrada digital 4 DI 24 V DC
- 2 x 6.7202.200; Salida digital 4 DO 24 V DC
- 1 x 6.7202.400; Salida analógica 2 AO 4...20 mA

Esquema de la parte húmeda



Vista del sistema



Reactivos

- $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ (Dosino 2)
 - $c(\text{KF}) = 3 \text{ mol/L}$ (bomba peristáltica; 120 mL/min)
 - $c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ (Dosino 3)
 - Agua desmineralizada (bomba peristáltica; 320 mL/min)
-

Calibración y almacenaje de los sensores

- Los electrodos deben controlarse periódicamente para garantizar su buen funcionamiento
 - Cuando no se utiliza, el Unitrode se guarda en 3 mol/L KCl (250 mL; 6.2308.020)
 - El electrodo redox (anillo de Pt) puede almacenarse en agua desmineralizada cuando no se utilice
-

Teoría

Información general

Un baño recién preparado tendrá aproximadamente el mismo contenido de ácido libre y total. La cantidad de ácido libre disminuye a medida que avanza el ciclo de vida. Los análisis descritos aquí permiten saber si hay que rellenar un baño.

Hay dos tipos de baños principales utilizados para el decapado del acero:

Baño clásico

Los contenidos del baño clásico son los siguientes: 10...28% de HNO_3 (50%), 3...8% de HF y un 0,1% de detergentes. El ácido nítrico es un oxidante fuerte y prepara la superficie para ser pasivada en el aire.

Baño exento de nitrato

Para reducir el riesgo medioambiental (generación de vapores nitrosos) se utilizan a menudo baños libres de nitrato. Están compuestos de una solución de 3...5% HF, 10...25% $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_4$ y 1...5% H_2O_2 . Debido al oxidante adicional H_2O_2 es necesario analizar este parámetro también y sustituir el reactivo según necesidad.

Parámetros

Muestreo

El muestreo se realiza a través del «Dosino loop» (Dosino 1), pero en lugar de un tubo de 150 cm se emplea un tubo Metrohm normal. Una muestra de 1 mL requiere un volumen mínimo de 2 mL, lo que equivale a una longitud de tubo de 60 cm aprox.

Ácido libre

El ácido libre es necesario para eliminar las capas de óxido y la coloración del acero debido a los tratamientos de soldadura. Además, se forma una capa de pasivación estable que impide que el material siga oxidándose. El parámetro determinado corresponde al contenido de ácido disponible para el proceso de decapado. El tipo de mezcla o del ácido puede variar dependiendo de los requisitos de proceso entre

unas plantas y otras. Generalmente se utiliza un punto final de pH 4,2 para determinar el ácido libre.

Ácido total

Durante el ciclo de vida de un baño de decapado, el contenido de iones de metal aumenta de forma continua. Las sales de metal generadas son ligeramente acídicas y también reaccionen en este análisis. En la mayoría de los casos el punto final se fija en pH 8,6 para calcular el contenido de ácido total.

$\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$

El Fe^{3+} se calcula a partir de la diferencia entre el ácido total y el Fe^{2+} . La relación $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ caracteriza las propiedades oxidativas. Si fuera necesario, esto puede corregirse añadiendo un oxidante tal como el H_2O_2 . El contenido total de hierro aumenta también y permite obtener una conclusión acerca del estado efectivo del baño.

Análisis

Ácido libre

Tras el muestreo, la muestra se transfiere a un recipiente y se diluye con agua. A continuación, es necesario añadir KF para enmascarar el hierro; si no, éste reaccionará también en la valoración. La valoración se realiza a un punto final de pH 4,2, que se refiere al contenido de ácido libre.

Ácido total

Se toma una cantidad de muestra adecuada y se pipetea en el recipiente. Después de diluir la muestra con agua desmineralizada, se lleva a cabo la valoración utilizando 0,1 mol/L de NaOH. El primer punto de inflexión a pH 4,2 corresponde al ácido libre y el segundo a pH 8,6 equivale al ácido total.

Fe^{2+}

La muestra se pipetea en el recipiente de valoración y luego se diluye con agua desmineralizada. El punto final resultante utilizando el electrodo de Pt y Ce^{4+} como reactivo de valoración corresponde al contenido de Fe^{2+} .

Fe^{3+}

El contenido de Fe^{3+} se calcula a partir de la diferencia entre el ácido total y el Fe^{2+} .