

## VALIDACIÓN DE UN MÉTODO VOLUMÉTRICO PARA DETERMINAR HIERRO (Fe) EN ADITIVOS DE PELETIZACIÓN

Lcda. Sivira Eilin 1, Lcdo. Páez Pedro 2, MSc. Castro José 3.

### Resumen

La determinación precisa de hierro (Fe) en aditivos como la dolomita es crucial para el control de calidad en el proceso de peletización. La presente investigación se enfoca en la validación de un método volumétrico para la determinación del contenido de hierro (Fe) en aditivos de peletización, un parámetro crítico para el control de calidad. Ante la necesidad de contar con una alternativa analítica robusta, rápida y rentable, se planteó como objetivo principal validar un método volumétrico para determinar hierro (Fe) en aditivos de peletización. La metodología incluyó el análisis de Materiales de Referencia Certificados (MRC) y muestras reales, recolectadas mediante un muestreo compuesto en correas transportadoras. Los resultados del análisis de MRC demostraron que el método es exacto y preciso, con valores que coinciden estadísticamente con los certificados, según la prueba t de Student. Además, la comparación con la técnica de Espectrometría de Absorción Atómica (EAA) confirmó que el método volumétrico es equivalente y confiable.

**Palabras clave:** Dolomita, hierro, peletización, redox, validación.

---

Recibido: 18/09/2025

Aceptado: 10/10/2025

---

1 Lcda. Sivira Eilin  
eilin1605@gmail.com  
**ORCID:** 0009-0008-2380-7858

2 Lcdo. Páez Pedro  
pedroap90@gmail.com  
**ORCID:** 0009-0008-9567-3529

3 MSc. Castro José  
jlcastros78@gmail.com  
**ORCID:** 0009-0009-5786-4743

## VALIDATION OF A VOLUMETRIC METHOD FOR DETERMINING IRON (Fe) IN PELLETIZING ADDITIVES

### Abstract

The accurate determination of iron (Fe) in additives such as dolomite is crucial for quality control in the pelletizing process. This research focuses on the validation of a volumetric method for the determination of iron (Fe) content in pelletizing additives, a critical parameter for quality control. Given the need for a robust, rapid, and cost-effective analytical alternative, the main objective was to validate a volumetric method for determining iron (Fe) in pelletizing additives. The methodology included the analysis of Certified Reference Materials (CRMs) and real samples collected through composite sampling on conveyor belts. The results of the CRM analysis demonstrated that the method is accurate and precise, with values that statistically coincide with the certified ones, according to the Student t test. Furthermore, the comparison with the Atomic Absorption Spectrometry (AAS) technique confirmed that the volumetric method is equivalent and reliable. In conclusion, the proposed volumetric method is a validated, robust, and suitable alternative for quantifying iron in additives, offering a reliable option for process control.

**Keywords:** *dolomite, iron, pelletizing, redox, validation.*

## Introducción

En CVG Ferrominera Orinoco (FMO) se comercializa productos para la industria siderúrgica: Finos y Gruesos del mineral de hierro, el cual es usado en los procesos de sinterización, peletización y reducción directa. Igualmente, se producen pellas para alto horno y reducción directa; así como Briquetas para alto horno y horno de arco eléctrico (FMO, 2025). Por su parte, la planta de Pellas procesa el mineral después de ser explotado en las minas, lo muele, le agrega aditivos y forman pellas (Figura 1), que son materia prima de las plantas briqueteras. La peletización de mineral de hierro fino, más bentonita y dolomita, materia prima de vital importancia para la industria briquetera y siderúrgica del país (FMO, 2025).

*Figura 1. Pellas de hierro (FMO, 2025).*



*Fuente: Sivira, Páez y Castro 2025*

En el proceso de peletización, la composición química exacta de cada material que ingresa al sistema es de vital importancia, ya que es la base para la realización de un balance de masa. Un balance de masa es un análisis cuantitativo fundamental que permite rastrear y cuantificar la cantidad de materia que entra y sale de un sistema o proceso definido. Estos cálculos precisos son esenciales para ajustar de manera óptima las proporciones de las materias primas, lo que a su vez mejora significativamente la eficiencia global del proceso. Un control riguroso evita pérdidas de material, minimiza contaminaciones y asegura la calidad del producto final, las "pellas", cumplan consistentemente con los estándares requeridos (Sinnott & Towler, 2012).

La determinación del contenido de hierro (Fe) en los aditivos (dolomita) constituyen unos requisitos analíticos más críticos. Para obtener resultados fiables que permitan estos ajustes, es imprescindible emplear análisis químicos precisos y confiables. Históricamente, para minerales con bajo contenido de hierro, la Espectrometría de Absorción Atómica (EAA) se ha consolidado como el método instrumental de elección, que es ampliamente utilizada debido a su inherente simplicidad y alta eficiencia, lo que la convierte en una herramienta insustituible para garantizar la precisión necesaria en el control de calidad de la materia prima (Rubinson & Rubinson, 2001).

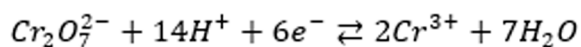
Sin embargo, actualmente en el Laboratorio de la Gerencia de Calidad de la Planta de Pellas está limitado por la ausencia de un equipo de Espectroscopía de Absorción Atómica (EAA). Esta carencia tecnológica impide la obtención de resultados oportunos y precisos sobre el contenido de hierro (Fe) en los aditivos utilizados en el proceso de paletización. Esto crea una problemática a lo largo de toda la cadena de producción. Al carecer de un análisis detallado y en tiempo real de la composición de las materias primas (dolomita), se vuelve imposible determinar con precisión la cantidad óptima de aditivos se deben añadir al proceso. Consecuentemente, la dificultad para ajustar las proporciones de estos componentes compromete directamente la capacidad de asegurar que el producto final (pellas) cumpla consistentemente con los rigurosos requerimientos de calidad establecidos en el plan de calidad de FMO.

Ante la problemática, se propone la validación de un método analítico alternativo basado en el análisis volumétrico (valoración redox). Esta técnica química es un procedimiento robusto y bien establecido que permite cuantificar la concentración de hierro mediante un análisis volumétrico de oxidación-reducción (REDOX). Al principio de una valoración de oxidación/reducción, el analito debe estar en un solo estado de oxidación. Sin embargo, frecuentemente los pasos que preceden a la valoración, como la disolución de la muestra y la separación de interferencias, convierten al analito en una mezcla de estados de oxidación (Skoog, West, Holler, & Crouch, 2015). La esencia de la valoración reside en la medición precisa del volumen del reactivo valorante consumido hasta alcanzar el punto de equivalencia. En este punto la transferencia de electrones entre el agente oxidante y el agente reductor es estequiométricamente equivalente, lo que permite cuantificar el analito con alta fiabilidad (Whitten, Davis, Peck, & Stanley, 2015).

Cuando se disuelve una muestra que contiene hierro, la disolución resultante normalmente contiene una mezcla de iones hierro(II) y hierro(III), empleando un oxidante estándar para determinar hierro, primero se realiza un tratamiento a la disolución de la muestra con un agente reductor auxiliar para convertir todo el hierro a un único estado de oxidación. Asimismo, el titular con un reductor estándar, es necesario realizar un tratamiento previo con un agente oxidante auxiliar. Por otro lado, para que un reactivo sea útil como preoxidante o prerreductor, debe reaccionar cuantitativamente con el analito. Además, cualquier reactivo en exceso debe ser retirado con facilidad porque el exceso del reactivo por lo general interfiere con la valoración al reaccionar con la disolución estándar (Skoog, West, Holler, & Crouch, 2015).

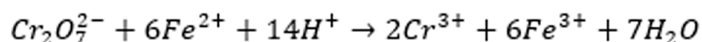
El dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) en sus aplicaciones analíticas como valorante, el ion dicromato es reducido al ion verde cromo(III) (Ecuación 1). Las valoraciones de dicromato son realizadas generalmente en disoluciones de ácido clorhídrico o sulfúrico alrededor de 1 M. En estos medios, el potencial formal para la semirreacción es de entre 1,0 a 1,1 V. Las disoluciones de dicromato de potasio son estables indefinidamente, pueden ser hervidas sin descomponerse y no reaccionan con el ácido

clorhídrico (Skoog, West, Holler, & Crouch, 2015).



*Ecuación 1*

El uso principal del dicromato es para la valoración volumétrica de hierro(II) (Ecuación 2). A menudo esta valoración se realiza en presencia de concentraciones moderadas de ácido clorhídrico. La reacción del dicromato con hierro(II) ha sido utilizada ampliamente para la determinación indirecta de una gran variedad de agentes oxidantes. En estas aplicaciones, un exceso medido de una disolución de hierro(II) se agrega a una disolución ácida del analito. El exceso de hierro(II) es posteriormente titulado por retroceso con un estándar de dicromato de potasio (Skoog, West, Holler, & Crouch, 2015).



*Ecuación 2*

Con base en lo anterior y con el fin de aportar una solución al problema, en la investigación se han propuesto validar un método volumétrico para la determinación de hierro (Fe) en aditivos de peletización. Para lograrlo, se plantearon tres objetivos, a) se verificó el contenido de hierro en Materiales de Referencia Certificados (MRC) para asegurar la exactitud del método propuesto, b) se cuantificó el contenido de hierro en las muestras de aditivos Dolomita Canadá Natural y Dolomita Cerro Negro Natural. Finalmente, c) se demostró la confiabilidad del método volumétrico mediante un análisis estadístico comparativo con el método de referencia de Espectrometría de Absorción Atómica (EAA). Estos pasos en conjunto buscan confirmar la viabilidad del método volumétrico como una alternativa precisa y fiable.

La implementación de este nuevo método ofrecería múltiples beneficios significativos para la planta, abordando directamente las deficiencias actuales. En primer lugar, facilitaría el suministro de datos confiables y oportunos, permitiendo ajustes precisos y en tiempo real en la dosificación de aditivos, lo cual es vital para mantener la calidad final de las pellas. Adicionalmente, esta técnica se traduciría en una reducción notable de los costos operacionales, principalmente por el menor consumo de reactivos controlados como los ácidos. Desde una perspectiva ambiental, el análisis volumétrico (valoración redox). Finalmente, su adopción representaría un valioso enriquecimiento del conocimiento interno y una nueva práctica de trabajo para la Gerencia de Calidad, fortaleciendo sus capacidades analíticas. En síntesis, esta propuesta representa una solución práctica y eficiente para superar la brecha analítica existente, asegurando la optimización y la calidad sostenida en el proceso de producción de pellas.

## 1. Metodología.

### 1.1. Ubicación geográfica.

La investigación se realizó en el Laboratorio de Calidad de Pellas de CVG Ferrominera Orinoco, ubicado en el complejo industrial Punta Cuchillo en Puerto Ordaz, estado Bolívar, Venezuela. Para el estudio, se recolectaron muestras del aditivo dolomita directamente de las correas transportadoras 210 WF3. Estas correas son alimentadas desde los silos de almacenamiento de la planta (Figura 2).

*Figura 2. Patio de Aditivos y Pila de Almacenamiento. Fuente: (Google Maps, 2025).*



### 1.2. Materiales de Referencia Certificados (MRC).

Para asegurar la exactitud y confiabilidad del método analítico, se emplearon Materiales de Referencia Certificados (MRC) durante el proceso de validación. Un material de referencia certificado es un patrón de referencia para una unidad de medida y ofrece un valor de referencia para la verificación de una técnica analítica instrumental (Eurachem- CITAC, 2012). Los materiales utilizados fueron CERAM Dolomita 2CAS6, Limonite dolomite 88a y Dolomita AN34. Estos MRC fueron seleccionados por su matriz similar a las muestras de dolomita y por sus valores certificados de contenido de hierro, los cuales sirvieron como controles de calidad para verificar la precisión y el sesgo de las mediciones realizadas. El uso de estos materiales garantiza la trazabilidad de los resultados a un estándar internacionalmente reconocido.

### 1.3. Recolección de la muestra (CVG FMO 114-PTS-004); (COVENIN 170, 1963).

Para garantizar la representatividad de la muestra, se realizó un muestreo compuesto de los aditivos dolomita, con una frecuencia constante de cada cuatro horas. La recolección se ejecutó directamente en las correas transportadoras 210 WF3, las cuales reciben el material desde los silos de almacenamiento del patio de aditivos (Figura 3a). Utilizando palas y bolsas plásticas, se extrajo una porción representativa de cada aditivo de las correas en movimiento (Figura 3b), hasta acumular una cantidad de 10 a 15 kg. Finalmente, las muestras (Figura 3c) fueron transportadas al área física del Laboratorio de Calidad de Pellas para su posterior análisis.

Figura 3. Recolección de muestras a) silos de almacenamiento, b) correa 210 WF3 y c) Dolomita.



Fuente: Sivira, Páez y Castro (2025)

#### **1.4. Determinación de hierro total (%Fe total) mediante análisis volumétrico redox.**

##### **1.4.1. Tratamiento físico de la muestra (ISO 3082, 2017), (COVENIN 3616, 2000).**

La preparación de la muestra para el análisis químico comenzó con la homogeneización del material utilizando un cuarteador de mineral (Gilson Sample Splitter SP1). La muestra se cuarteó de cuatro a seis veces para obtener una porción de aproximadamente 200 g. Esta porción fue secada en un horno (GRIVE, AB-650) a una temperatura de 105°C durante 30 minutos. Una vez seca y fría, se pulverizó con un equipo (Retsch, SK-1) y se tamizó a un tamaño de partícula <math><150\mu\text{m}</math>. De la muestra tamizada, se tomaron 150 g, que se colocaron en una bolsa pequeña, la cual fue identificada con la fecha, el nombre y el turno del personal que la preparó.

##### **1.5. Tratamiento químico de la muestra.**

###### **1.5.1. Digestión.**

La muestra se secó en un horno estufa (BLUE M, OVISA) a 105°C por 30 minutos. Una vez transcurrido el tiempo de secado, se dejó enfriar temperatura ambiente y se pesó entre 0,40 y 0,50 g en una balanza analítica (METTLER TOLEDO, XP504) y se transfirió cuantitativamente a un vaso de precipitado de 500 mL. Posteriormente, para la digestión se añadieron 20 mL de ácido clorhídrico (HCl) concentrado. El vaso se cubrió con un vidrio de reloj y se calentó suavemente en un baño de arena sobre una plancha de calentamiento (TERMOLINE, 220 HOT PLATE). Se monitoreó la temperatura para evitar la ebullición, previniendo así la volatilización de cloruro de hierro (III) ( $\text{FeCl}_3$ ) y la consiguiente pérdida de muestra. El calentamiento continuó hasta lograr la disolución total de la muestra.

### **1.5.2.Oxidación y reducción del analíto.**

Se añadieron cinco gotas de solución de permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ) para oxidar el arsénico o cualquier materia orgánica presente. La solución se calentó en plancha de calentamiento (TERMOLINE, 220 HOT PLATE) por debajo del punto de ebullición por cinco minutos. Una vez transcurrido este tiempo, se retiró del calentamiento y se agregó, gota a gota y con agitación continua, una solución de cloruro de estaño (II) ( $\text{SnCl}_2$ ) hasta que el color de la solución viró a un amarillo pálido. Posteriormente, se añadió gota a gota una solución de cloruro de titanio (III) ( $\text{TiCl}_3$ ) hasta que la solución se volvió incolora. Las paredes del vaso de precipitado se lavaron con agua destilada asegurando que todo el analíto se incorpore a la solución. Se llevó a ebullición incipiente, después se retiró del calentamiento y se añadió 5 mL de ácido perclórico ( $\text{HClO}_4$ ) diluido en una proporción 1:1, seguido de 225 mL de agua destilada.

### **1.6.Análisis volumétrico.**

#### **1.6.1.Preparación de hierro electrolítico al 99% como patrón primario.**

Se pesaron 0,25 g de hierro electrolítico al 99% y se transfirió a un matraz aforado de 500 mL. Posteriormente, se adicionó 20 mL de ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ), se tapó con un vidrio de reloj y se calentó suavemente sobre un baño de arena en una plancha de calentamiento (TERMOLINE-2200 HOT PLATE) hasta la disolución completa del hierro, evitando la ebullición y en consecuencia, la volatilización del cloruro de hierro (III) ( $\text{FeCl}_3$ ). Luego, se retiró el matraz para añadir de 3 a 5 gotas de solución de permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ) para oxidar el arsénico o materia orgánica presente. Se llevó nuevamente a calentamiento por debajo del punto de ebullición durante 5 minutos. Transcurrido este tiempo, se bajó el matraz y se agregó gota a gota solución de cloruro de estaño II ( $\text{SnCl}_2$ ) con agitación continua hasta se obtuvo un color amarillo tenue. Seguidamente, se añadió gota a gota solución de cloruro de titanio III ( $\text{TiCl}_3$ ) hasta que la solución quedó incolora. Se lavó las paredes del envase con pequeña cantidad de agua y se llevó ebullición insipiente, inmediatamente se removió la solución del calentamiento y se agregó 5 mL de ácido perclórico ( $\text{HClO}_4$ ) (1:1), seguido de 225 mL de agua destilada.

#### **1.6.1.1.Preparación del titulante de dicromato de potasio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ).**

Se secó el dicromato de potasio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) grado analítico en una estufa (BLUE M, OVISA) a 105 C por 1-2 horas, se dejó enfriar en un desecador para eliminar la humedad. Este paso asegura que solo se pese la masa del compuesto y no de agua absorbida. En una balanza analítica (METTLER TOLEDO, XP504) se pesó exactamente 4,904 g de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Se transfirió la masa pesada a un vaso de precipitados con 200 - 400 mL de agua destilada, se llevó a la plancha de agitación magnética (FISHER SCIENTIF, 11-500 7S) hasta estar completamente disuelta. Luego se transfirió cuantitativamente la solución al balón aforado de 1000 mL, se enjuagó el recipiente original con pequeñas porciones de agua destilada para asegurar la transferencia total del soluto. Finalmente, se ajustó el volumen hasta la marca de aforo con agua destilada y se homogeneizó la solución invirtiendo el balón aforado 15 - 20 veces. El  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  es

soluble en agua y la solución adquirirá un color naranja característico.

### 1.6.1.2. Estandarización del titulante de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ).

A la solución fría de hierro electrolítico, se adicionó 30 mL de mezcla ácida: ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) + ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ), seguido de 5 a 6 gotas de solución indicadora de difenilamina sulfonato de sodio ( $C_{12}H_{10}NNaO_3S$ ). A continuación, se valoró con una solución de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) 0,1 N, utilizando un titulador automático (METROHM, 776 DOSIMAT), el punto final fue alcanzado cuando el color vire de verde o verde azulado a violeta.

*Factor de solución de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ).*

$$F = \frac{\%_{Fe\ total\ (MRC)} \times m}{V} \quad \text{Ecuación 3}$$

Dónde:  $\%_{Fe\ total}$  Porcentaje de hierro total de Material de Referencia Certificado (MRC).  
V Volumen de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) consumido en la titulación de material de referencia certificado expresada en mililitros (mL).  
m Peso del material de referencia certificado expresado en gramos (g).

### 1.6.1.3. Determinación de contenido de hierro (Fe).

A la solución de la muestra se añadió 30 mL de mezcla ácida de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) y ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ), seguido de 5 a 6 gotas de solución indicadora de difenilamina sulfonato de sodio ( $C_{12}H_{10}NNaO_3S$ ). Utilizando un titulador automático (METROHM, 776 DOSIMAT) la muestra fue valorada con dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) 0,1N. El punto final se identificó con un cambio de color de color verde a un verde azulado y, con una gota adicional del titulante se volvió violeta. Finalmente, se registró el volumen de titulante consumido.

*Contenido de hierro expresado (%m/m).*

$$\%_{Fe\ total} = \left( \frac{V \times F}{m} \right) \times 100 \quad \text{Ecuación 4}$$

Dónde:  $\%_{Fe\ total}$ : Contenido de hierro total en la muestra.  
V: Volumen de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) consumido en mililitros (mL).  
F: Factor de la solución valorada de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ).  
m: Peso de la muestra a ensayar en gramos (g).

## 2.Resultados y Discusión.

### 2.1.Contenido de hierro (Fe) en Material de Referencia Certificado (MRC).

Para el MRC: CERAM Dolomita 2CAS6, con  $0,50 \pm 0,03\%_{Fe}$ , este valor es cercano al valor certificado ( $0,49\%_{Fe}$ ), reflejando la alta exactitud del método y un rango de  $0,09\%$ . Para el MRC: Limonite Dolomita 88a, se determinó una concentración de  $0,28 \pm 0,01\%_{Fe}$ , coincidiendo con el valor certificado y un rango de  $0,02\%$ . Para el MRC: Dolomita AN34, el análisis arrojó una concentración de  $1,05 \pm 0,01\%_{Fe}$ , que también coincide con su valor certificado y un rango de  $0,02\%$  en los resultados. En general, la cercanía de los valores obtenidos a los valores certificados y los rangos de precisión tan bajos demuestra que el método es preciso y exacto para la determinación de hierro en aditivos (Tabla 1).

Tabla 1. Determinación de hierro (Fe) en Materiales de Referencia Certificados (MRC).

Parámetro	Material de Referencia Certificado (MRC)		
	CERAM Dolomita 2CAS6	Limonite dolomite 88a	Dolomita AN34
Valor certificado	0,49	0,28	1,05
Media	0,50	0,28	1,05
Desviación estándar (s)	0,03	0,01	0,01
Rango	0,09	0,02	0,02

Fuente: datos del instrumento de investigación. Sivira, Páez, Castro (2025)

### 2.2.Contenido de hierro (Fe) en dolomita “Canadá Natural” y “Cerro Negro Natural”.

Los resultados del análisis demuestran una diferencia significativa en el contenido promedio de hierro. La Dolomita “Canadá Natural” con  $0,40 \pm 0,01\%_{Fe}$ , mientras que la Dolomita “Cerro Negro Natural” con  $0,35\% \pm 0,01\%_{Fe}$ . La precisión de las mediciones fue excelente para ambos aditivos al igual que el rango de  $0,04\%$ , lo que confirma que las mediciones del método volumétrico son consistentes y reproducibles. Estos resultados demuestran la fiabilidad del proceso analítico, independientemente del tipo de dolomita analizada (Tabla 2).

Tabla 2. Resumen estadístico del contenido de hierro (Fe) en aditivos de dolomita.

Parámetro	Dolomita	
	Canadá Natural (%)	Cerro Negro Natural (%)
Media	0,40	0,35
Desviación estándar (s)	0,01	0,01
Rango	0,04	0,04

Fuente: datos del instrumento de investigación. Sivira, Páez, Castro (2025)

### 2.3. Confiabilidad del método volumétrico (redox).

Para evaluar la exactitud y la equivalencia del método, se comparó dos muestras de dolomita (Canadá Natural y Cerro Negro Natural) mediante un método volumétrico redox (propuesta) con Espectrometría de Absorción Atómica (EAA) como método de referencia. Para la evaluación de la exactitud, en la muestra de dolomita "Canadá Natural", la concentración obtenida por EAA es  $0,41 \pm 0,02\%_{Fe}$ , mientras que el método volumétrico arrojó  $0,40 \pm 0,01\%_{Fe}$ . En el caso de dolomita "Cerro Negro Natural", la concentración por EAA es de  $0,34 \pm 0,01\%_{Fe}$  mientras que en el método volumétrico fue de  $0,35 \pm 0,01\%_{Fe}$ . En ambas muestras, la diferencia es de  $0,01\%_{Fe}$  lo que sugiere una excelente exactitud. Para la evaluación de la precisión (reproducibilidad), en Dolomita Canadá Natural, la EAA muestra una desviación estándar (s) de  $0,02\%_{Fe}$  y un rango de  $0,05\%_{Fe}$ , mientras que el método volumétrico presenta una desviación estándar (s) de  $0,01\%_{Fe}$  y un rango de  $0,04\%_{Fe}$ , indicando precisión en ambos métodos (Tabla 3).

Tabla 3. Comparación de métodos de análisis para la determinación de hierro (Fe) en dolomita.

Parámetro	Material de Referencia Certificado (MRC)		
	CERAM Dolomita 2CAS6	Limonite dolomite 88a	Dolomita AN34
Valor certificado	0,49	0,28	1,05
Media	0,50	0,28	1,05
Desviación estándar (s)	0,03	0,01	0,01
Rango	0,09	0,02	0,02

Fuente: datos del instrumento de investigación. Sivira, Páez, Castro (2025)

### 2.4. Prueba t de Student de una muestra.

La prueba t de Student se utilizó para comparar las medias de los contenidos de hierro obtenidos con el método volumétrico (redox) frente a los valores certificados de los MRC. Para el MRC: CERAM Dolomita 2CAS6: El valor de  $t_{calculada}$  (0,758) fue menor que el valor de  $t_{critica}$  (2,145). Esto indica que la diferencia entre la media del método ( $0,496\%_{Fe}$ ) y el valor certificado ( $0,49\%_{Fe}$ ) no es estadísticamente significativa a un nivel de confianza del 95%. Por lo tanto, se acepta la hipótesis nula ( $H_0$ ). En el MRC: Limonite Dolomita 88a: La  $t_{calculada}$  (1,000) fue menor que la  $t_{critica}$  (2,145). De manera similar, la diferencia entre la media experimental ( $0,282\%_{Fe}$ ) y el valor certificado ( $0,28\%_{Fe}$ ) no es estadísticamente significativa, por lo que se acepta la hipótesis nula ( $H_0$ ). Finalmente, para el MRC: Dolomita AN34: Con una  $t_{calculada}$  (1,000) menor que la  $t_{critica}$  (2,145), la diferencia entre la media obtenida ( $1,048\%_{Fe}$ ) y el valor certificado ( $1,05\%_{Fe}$ ) tampoco es estadísticamente significativa. Por consiguiente, se acepta la hipótesis nula ( $H_0$ ). Los resultados de esta prueba confirman que el método volumétrico es estadísticamente exacto para la determinación de hierro en las matrices analizadas (Tabla 4).

Tabla 4. Prueba t de Student de una muestra para Material de Referencia Certificado (MRC)

Parámetro (%)	Dolomita Canadá Natural		Dolomita Cerro Negro Natural	
	EAA	Volumétrico	EAA	Volumétrico
Media	0,41	0,40	0,34	0,35
Desviación estándar (s)	0,02	0,01	0,01	0,01
Rango	0,05	0,04	0,03	0,04

Fuente: datos del instrumento de investigación. Sivira, Páez, Castro (2025)

### 2.5. Prueba t de Student de dos muestras independientes.

Se aplicó la prueba t de Student para dos muestras independientes (con un nivel de confianza del 95%) para comparar los resultados de contenido de hierro obtenidos con el método propuesto (volumétrico) y el método de referencia (Espectrometría de Absorción Atómica, EAA) en los aditivos de Dolomita Canadá Natural y Dolomita Cerro Negro Natural. Para la dolomita Canadá Natural: La  $t_{calculada}$  (1,488) fue menor que la  $t_{crítica}$  (2,048), por lo que se acepta la hipótesis nula ( $H_0$ ). Este resultado confirma que no existe una diferencia estadísticamente significativa entre los resultados de ambos métodos para esta muestra. De igual manera, para la dolomita Cerro Negro Natural: la  $t_{calculada}$  ( $| -0,345 |$ ) fue menor que la  $t_{crítica}$  (2,048), lo que también lleva a aceptar la hipótesis nula ( $H_0$ ). Los resultados de esta prueba demuestran que ambos métodos son equivalentes y que el método volumétrico es tan confiable como el de Absorción Atómica para la determinación de hierro en estas matrices (Tabla 5).

Tabla 5. Prueba t de Student de dos muestras independientes a un nivel de confianza del 95%.

Dolomita	Método	$\bar{x}$ (%)	s (%)	Sp	$t_{crítica}$	$t_{calculada}$	Criterio
Canadá Natural	EAA	0,4053	0,0164	0,015	2,048	1,488	Se acepta $H_0$ .
	Volumétrico	0,3973	0,0128				
Cerro Negro Natural	EAA	0,3440	0,0106	0,011	2,048	-0,345	Se acepta $H_0$ .
	Volumétrico	0,3453	0,0106				

Fuente: datos del instrumento de investigación. Sivira, Páez, Castro (2025)

### Conclusiones.

Los resultados del análisis de los Materiales de Referencia Certificados (MRC) CERAM Dolomita 2CAS6, Limonite Dolomita 88a y Dolomita AN34 demuestran la exactitud y precisión del método para la determinación de hierro. La cercanía entre los valores determinados y los valores certificados de los MRC, junto con los rangos de precisión bajos, válida la fiabilidad del procedimiento. Estos hallazgos confirman que el método es consistente y reproducible.

Los resultados del análisis de los aditivos, Dolomita “Canadá Natural” y Dolomita Cerro Negro Natural, confirman que el método volumétrico es preciso y reproducible para la determinación de hierro. La excelente precisión de las mediciones, con una desviación estándar y un rango muy bajos para ambas muestras de dolomita, demuestra la consistencia y fiabilidad del método analítico. Estos hallazgos validan que el método es robusto y adecuado para su aplicación.

Los resultados del método volumétrico (redox) con los de la Espectrometría de Absorción Atómica (EAA) demuestran una excelente exactitud y precisión. Las concentraciones de hierro obtenidas con ambos métodos en dolomita natural mostraron una diferencia  $0,01\%_{Fe}$ . Además, el método volumétrico exhibió una alta precisión. Estos hallazgos validan que el método volumétrico es equivalente y confiable para la cuantificación de hierro en aditivos.

Los resultados de la prueba t de Student confirman que el método volumétrico es estadísticamente exacto para la determinación de hierro en los aditivos. Al comparar las medias obtenidas con los valores certificados de los tres MRC, la diferencia en cada caso no fue estadísticamente significativa a un nivel de confianza del 95%. Este resultado valida que el método es confiable y preciso, y puede ser utilizado para la cuantificación de este analito.

La prueba t de Student demostró que no existe una diferencia estadísticamente significativa entre los resultados del método volumétrico y el de Espectrometría de Absorción Atómica (EAA). Este hallazgo valida que ambos métodos son equivalentes para determinar el contenido de hierro en los aditivos de dolomita. En consecuencia, el método volumétrico puede ser considerado una alternativa fiable y comparable al método de referencia para el control de calidad.

La validación del método volumétrico para la determinación de hierro (Fe) en aditivos de peletización se completó con éxito. Los resultados del análisis de los Materiales de Referencia Certificados (MRC) y la comparación con la Espectrometría de Absorción Atómica (EAA) confirmaron que el método es exacto, preciso, reproducible y estadísticamente equivalente al método de referencia. Por lo tanto, el procedimiento volumétrico es una alternativa fiable, robusta y confiable para su aplicación en el control de calidad de aditivos.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- COVENIN 170. (1963). Muestreo de las bandas transportadoras. Recuperado el 02 de Junio de 2025, de <https://drive.google.com/file/d/1OjWiqWLFcFyCqZ-flqRzzHCbIMSUF9zde/view>
- COVENIN 3616. (2000). Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Hierro de reducción directa. Muestreo y preparación de muestras. Métodos manuales para pellas y HRD. Caracas: FONDONORMA.
- CVG FMO 114-PTS-004. (s.f.). Toma de muestras con correa en movimiento. Puerto Ordaz: CVG Ferrominera del Orinoco.
- Eurachem- CITAC. (2012). Cuantificación de la certificación en medidas analíticas. (S. Ellison, & A. Williams, Edits.) Recuperado el 25 de Noviembre de 2024, de Eurachem: [https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012\\_P1\\_ES.pdf](https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1_ES.pdf)
- FMO. (2025). Operaciones de peletización. Obtenido de CVG Ferrominera del Orinoco: <https://www.ferrominera.com/operaciones-de-peletizacion/>
- FMO. (2025). Productos. Obtenido de CVG Ferrominera del Orinoco: <https://www.ferrominera.com/productos/>
- Google Maps. (20 de Enero de 2025). ubicación geográfica Planta de Pellas Ferrominera Orinoco. Recuperado el 14 de Febrero de 2025, de 2025: [https://www.google.com/maps/@8.3046484,-62.7788375,1476m/data=!3m1!1e3?authuser=0&entry=ttu&g\\_ep=EgoyMDI1MDkyMi4wKXMDSoASAFQAw%3D%3D](https://www.google.com/maps/@8.3046484,-62.7788375,1476m/data=!3m1!1e3?authuser=0&entry=ttu&g_ep=EgoyMDI1MDkyMi4wKXMDSoASAFQAw%3D%3D)
- ISO 3082. (2017). Iron ores — Sampling and sample preparation procedures, Fifth edition. Recuperado el 18 de Junio de 2025, de <https://cdn.standards.iteh.ai/samples/66457/1e10f1efc0ee420ea1562810475c338d/ISO-3082-2017.pdf>
- Rubinson, K., & Rubinson, J. (2001). Análisis Instrumental.
- Sinnott, R., & Towler, G. (2012). Diseño en Ingeniería Química. Recuperado el 12 de Diciembre de 2024, de <https://www.reverte.com/media/reverte/files/book-attachment-3137.pdf>
- Skoog, D., West, D., Holler, F., & Crouch, S. (2015). Fundamentos de química analítica (Novena ed.). México D.F., México: Cengage Learning Editores, S.A. de C.V.
- Whitten, K., Davis, R., Peck, M., & Stanley, G. (2015). Química (Decima ed.). Madrid, España: Cengage Learning Editores.