

MINISTERIO DE FOMENTO



**COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES**

NORMA VENEZOLANA

**ACEROS AL CARBONO.
METODO ALCALIMETRICO
PARA LA DETERMINACION
CUANTITATIVA DE FOSFORO**

CDU
669:543.062.241:546.18

COVENIN
1227-78

NORMA VENEZOLANA
ACEROS AL CARBONO
METODO ALCALIMETRICO PARA LA
DETERMINACION CUANTITATIVA
DE FOSFORO.

TRAMITE:

COMITE : CT7 MATERIALES FERROSOS
PRESIDENTE : DR. HENRY KANNEE
SECRETARIO : IYANU HOSTOS B.
SUBCOMITE : CT7/SC8 METODOS DE ENSAYOS QUIMICOS
COORDINADOR: ASIS. ERNESTO AGUIRRE U.

P A R T I C I P A N T E S

INVESTI	EZEQUIEL DIAZ
FERROMINERA DEL ORINOCO	RAFAEL LEOMBRUNO
SIDOR	JUAN ARNAIZ
MIN. MINAS E HIDROCARBUROS	ALONSO PRATO
VICSON S.A.	RUSBER ORTEGA
UNIVERSIDAD CATOLICA ANDRES BELLO	SAUL CORREA
GENERAL MOTORS	JAIME GIRAU
SIVENSA	HORACIO MENDEZ

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE : 18-07-78

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 10-10-78

NORMA VENEZOLANA
ACEROS AL CARBONO
METODO ALCALIMETRICO PARA LA
DETERMINACION CUANTITATIVA DE
FOSFORO

COVENIN
1227-78

EQUIPO DE ENSAYO

1 ALCANCE

Esta norma contempla el método alcalimétrico para la determinación cuantitativa de fósforo, en aceros al carbono.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 334-75; Métodos de obtención de muestras
para la determinación de su composición química.

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

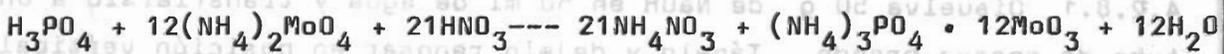
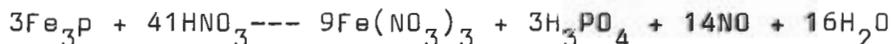
3.1 El método descrito en la presente norma consiste en tratar la muestra con ácido nítrico y permanganato de potasio para transformar el fósforo en ácido fosfórico y eliminar al mismo tiempo las materias orgánicas y carbonosas.

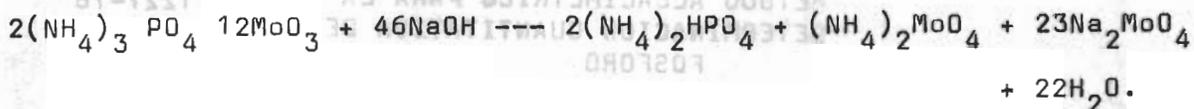
El ácido fosfórico es precipitado como fosfomolibdato de amonio por la adición de molibdato de amonio.

El precipitado se disuelve en un volumen conocido y en exceso de hidróxido de sodio, valorándose el exceso con una solución de ácido nítrico, sulfúrico o clorhídrico.

3.2 REACCIONES

Las reacciones que tienen lugar en el proceso son:





4 EQUIPO DE ENSAYO

ALCANCE

4.1 APARATOS

4.1.1 Para realizar esta determinación se requiere el material usual de laboratorio químico.

4.2 REACTIVOS

4.2.1 Eter etílico ($\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ "grado técnico" u otro solvente orgánico apropiado.

4.2.2 Acido nítrico diluido (1:3)

4.2.3 Solución de permanganato de potasio 25 g/l

4.2.4 Solución de sulfito de sodio 100 g/l

4.2.5 Solución de molibdato de amonio

Colóquese en un matraz 65 g de molibdato de amonio, 15 ml de hidróxido de amonio y 600 ml de agua destilada. Caliéntese y agítese suavemente hasta disolución total.

Déjese reposar 12 horas, filtrese sin lavar y dilúyase a 1000 ml

4.2.6 Solución diluída de ácido nítrico (2:98)

4.2.7 Solución diluída de nitrato de potasio 10 g/l

4.2.8 Solución valorada de hidróxido de sodio 0,1N, libre de carbonato

4.2.8.1 Disuelva 50 g de NaOH en 50 ml de agua y transfíralo a un tubo de ensayo grande. Tápelolo y dejelo reposar en posición vertical

hasta que el líquido sobrenadante sea claro. Cuidadosamente transfiera 5 ml de la solución clara a un balón de 1l que contiene aproximadamente 750 ml de agua hervida recientemente y enfriada, enrase empleando agua exenta de CO₂ y mezcle.

Proteja la solución madre con un tubo conteniendo asbesto - soda.

4.2.8.2 Estandarización: Transfiera 0,400 g de talatoácido de potasio a un matraz de 250 ml, disuelva en 100 ml de agua hervida recientemente y enfriada, añada 3 gotas de la solución indicadora de fenolftaleína y titule con la solución de NaOH hasta obtener una débil coloración rosada

4.2.8.3 Se determina el volumen de NaOH 0,1 N necesario para producir idéntica intensidad de color en un matraz similar conteniendo la misma cantidad de agua y del indicador. Se anota el resultado como "V₂"

4.2.8.4 Cálculo del factor de corrección (f₁)

Este factor se determina mediante la siguiente expresión:

$$f_1 = \frac{g}{0,02041(V_1 - V_2)}$$

siendo:

f₁ = factor de corrección

g = gramos de talatoácido de potasio

V₁ = ml de solución de NaOH 0,1N consumidos en la valoración

V₂ = ml de solución de NaOH 0,1N consumidos en el ensayo en blanco

4.2.9 Solución valorada de ácido nítrico 0,1N

4.2.9.1 Valoración. Se miden exactamente 25 ml de la solución de NaOH 0,1N valorada, se transfieren a un matraz Erlenmeyer de 250 ml de capacidad y se diluye a 100 ml con agua. Se titula en presencia de

fenolftaleína con la solución de ácido nítrico 0,1N hasta justamente la desaparición del color rosado.

4.2.9 Cálculo del factor de corrección (f_2)

Este factor se calcula mediante la siguiente expresión:

$$f_2 = f_1 \frac{25}{V}$$

siendo:

f_2 = factor de corrección

f_1 = factor de corrección de la solución de NaOH 0,1N gastados en la valoración

V = ml de ácido nítrico utilizado en la valoración.

4.2.10 Solución alcohólica de fenolftaleína 10 g/l, conteniendo 1 g de fenolftaleína en 100 ml de solución de alcohol etílico (1:1)

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consiste en una muestra obtenida tal como se indica en la Norma Venezolana COVENIN 834-75.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Se lava la muestra con éter etílico u otro solvente orgánico apropiado para eliminar la materia orgánica (aceite, grasa, etc.)

6.2 Se pesa con aproximación de 0,1 mg, de 1-2 gramos de la muestra, se colocan en un matraz de 300 ml y se agregan 50 ml de ácido nítrico (4.2.2).

6.3 Se calienta hasta la disolución total y eliminación de vapores nitrosos.

6.4 Se vierten 10 ml de solución de permanganato de potasio (25 g/l) y se lleva a ebullición hasta que precipite el óxido de manganeso. En caso de no haber formación de precipitado, se adiciona más permanganato de potasio y se continua hirviendo hasta que se produzca.

6.5 Se agrega gota a gota, y agitando continuamente, la cantidad necesaria de solución de sulfito de sodio (100 g/l) para disolver el precipitado formado evitando agregar un exceso de reactivo.

6.6 Se hierve la solución durante unos minutos hasta eliminar totalmente los vapores nitrosos. Se ajusta el volumen a 60 ml con agua destilada y se enfría hasta 45 - 50 °C.

6.7 Se agregan 50 ml de solución de molibdato de amonio. Se tapa el matraz agitando enérgicamente durante 10 minutos. Se deja reposar hasta que se deposita todo el precipitado.

6.8 Se filtra a través de un papel de filtro de poros cerrados, conteniendo pulpa de papel de filtro. Se lava dos veces el matraz, el precipitado y el filtro con porciones de 5 ml de solución (2:98) de ácido nítrico, después 5 veces con porciones de 5 ml de solución de nitrato de potasio (10 g/l) y, finalmente, lávase con la misma solución, filtro y precipitado, hasta que el filtrado no de reacción ácida.

6.9 Se transfiere el papel y el precipitado al matraz original y se agregan de 20 - 30 ml de agua destilada libre de CO₂ y un volumen exactamente medido y en exceso de solución valorada de hidróxido de sodio 0,1N, anotándose este valor como "V".

6.10 Se agita enérgicamente hasta disolver el precipitado y se lavan las paredes del matraz con agua destilada exenta de CO₂.

6.11 Se valora la solución de hidróxido de sodio por medio de la solución de ácido nítrico 0,1N, usando la solución de fenolftaleína como indicador, hasta que desaparezca el color rosa de la solución. Se miden los mililitros consumidos con exactitud y se anota el resultado como "V₁".

6.12 Se realiza un ensayo en blanco siguiendo el mismo procedimiento descrito, en ausencia de muestra y usando las mismas cantidades de reactivos. Se anotan los mililitros exactos de solución de ácido nítrico 0,1N consumido como "V₀".

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El porcentaje de fósforo contenido en la muestra se obtiene aplicando la siguiente fórmula:

$$\% P = \frac{V_0 - V_1}{g} \cdot N \cdot 0,1349$$

siendo:

V = volumen de NaOH 0,1N, en ml

V₀ = volumen de HNO₃ 0,1N usados en el ensayo en blanco, en mililitros

V₁ = volumen de HNO₃ 0,1N usado en la determinación del fósforo en la muestra en mililitros.

N = Normalidad de la solución de HNO₃

g = peso de la muestra, en gramos.

8 INFORME

8.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN Nº

8.2 Fecha en la cual se realizó el ensayo

8.3 Identificación de la muestra

8.4 Resultados del ensayo

8.5 Observaciones

8.6 Nombre del Analista

9 RELACION CON OTRAS NORMAS

COPANT R 22 (Comisión Panamericana de Normas Técnicas)

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO
Edif. Fundación La Salle, 5° piso, Av. Boyacá (Cota Mil)
CARACAS

publicación de:

