

CDU
669:543.062:546.22

COVENIN
1238-79

MINISTERIO DE FOMENTO



**COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES**

NORMA VENEZOLANA

**METODO DE COMBUSTION
DIRECTA PARA LA DETERMINACION
CUANTITATIVA DEL AZUFRE POR
TITUIACION IODOMETRICA EN MATERIALES
FERROSOS**

TRAMITE:

COMITE: CT7 MATERIALES FERROSOS

PRESIDENTE: Dr. HENRY KANNEE

SECRETARIO: ING^o IYANU HOSTOS B.

SUBCOMITE: CT7/SC8 METODOS DE ENSAYOS QUIMICOS

COORDINADOR: ACTO^o FERNANDO AGUIRRE B.

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

INVESTI

FERROMINERA DEL ORINOCO

SIDOR

MIN. ENERGIA Y MINAS

GENERAL MOTORS

IUT

EZEQUIEL DIAZ

RAFAEL LEOMBRUNO

JUAN ARNAIZ

ALONSO PRATO

JAIME GIRAUD

HELIOS CLEMENTE

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 4-4-79

FECHA DE APROBACION POR COVENIN:

NORMA VENEZOLANA
METODO DE COMBUSTION DIRECTA PARA
LA DETERMINACION CUANTITATIVA DEL
AZUFRE POR TITULACION IODOMETRICA
EN MATERIALES FERROSOS

PROYECTO
COVENIN
1238

1 ALCANCE

Esta Norma contempla el método de combustión con posterior titulación iodométrica para la determinación cuantitativa del azufre en aceros en general, fundiciones, arrabio, ferro-aleaciones y minerales de hierro.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

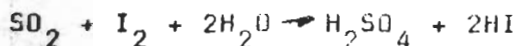
COVENIN 834-75 : Método de obtención de muestras para la determinación de su composición química.

COVENIN 1257-78 : Minerales de hierro. Método de preparación de muestras para la determinación de su composición química.

3 PRINCIPIO DE ENSAYO

3.1 El método descrito en la presente norma consiste en quemar las muestras del material, en corriente de oxígeno, para oxidar el azufre presente hasta dióxido de azufre, para posteriormente titularlo con una solución de yoduro y yodato de potasio en medio ácido y empleando almidón como indicador.

3.2 REACCIONES:



4.1 Para realizar esta determinación es necesario disponer de un aparato como el de la figura 1, que consta de:

- 4.1.1 Fuente de oxígeno
- 4.1.2 Válvula reductora de la presión y rotámetro
- 4.1.3 Sistema de purificación de oxígeno que constará de:
 - 4.1.3.1 Frasco lavado con solución de hidróxido de sodio al 30%
 - 4.1.3.2 Tubo en U o su equivalente, conteniendo ascrita
 - 4.1.3.3 Frasco lavado con ácido sulfúrico
- 4.1.4 Horno eléctrico de resistencia o inducción capaz de elevar la temperatura de la muestra de 1.000 a 1.500°C.
- 4.1.5 Tubo de combustión de material refractario que no presente poros o fisuras que permitan la difusión o escape de gas a través de sus paredes.
- 4.1.6 Un par termoeléctrico construido generalmente de Pt-Rd, protegido adecuadamente (para hornos de resistencia).
- 4.1.7 Un dispositivo de control y regulación de la temperatura del horno.
- 4.1.8 Un dispositivo para la retención de los óxidos sólidos formados en la combustión.
- 4.1.9 Navecillas o crisoles

4.2 REACTIVOS

- 4.2.1 Eter etílico "grado técnico" u otro solvente orgánico apropiado.
- 4.2.2 Acido sulfúrico
- 4.2.3 Granallas de estaño (200 mallas)

4.2.4 Solución de almidón al 1,5%

Se diluyen 2g de almidón soluble en 50 ml de agua. Esta mezcla se adiciona con agitación constante a 150 ml de agua en ebullición. Se deja hervir de dos o tres minutos. Se enfría a temperatura ambiente y se adicionan 6 g de Ioduro de potasio.

4.2.5 Solución de Iodato de potasio - Ioduro de potasio

Se disuelven 0,444 g de KIO_3 y 5 g de KI, en un balón aforado y se diluye a 1l. (ver notas 1 y 2).

4.2.6 Acido clorhídrico 1,5%

Diluya 15 ml de HCl hasta 1 l.

4.2.7 Oxígeno

NOTA 1

Algunas veces es útil añadir de 6 a 8 lentejas de KOH al agua, antes de agregar el KIO_3 y el KI. Esto con el fin de neutralizar cualquier ácido que pueda liberar el I_2 .

NOTA 2

Las buretas para el análisis del azufre normalmente vienen calibradas para un rango de 0 a 0,200% de S. Si se necesitan analizar muestras que contengan una cantidad de S superior al 0,2%, emplee una solución de 4,44 g/l de KIO_3 para ampliar el rango hasta 2%.

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consistirá en una muestra obtenida tal como se indica en la Norma Venezolana COVENIN 1257-78 ó en la Norma Venezolana COVENIN 834-75.

6 PROCEDIMIENTO (Ver nota 3)

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

6.2 Se pesa con precisión de 0,1 mg, de 0,5 a 1 g de muestra, según la capacidad de la bureta y el tipo de muestra. Se anota este peso como "g". Se transfiere cuantitativamente la muestra a una navicilla o crisol, agregando sobre ella una cantidad de estaño en granallas ligeramente inferior a la cantidad pesada, cubra el crisol con la tapa porosa.

6.3 Si el horno es de resistencia, se comprueba que la temperatura del mismo sea la requerida para efectuar el ensayo. Si es de inducción, este paso es innecesario.

6.4 Asegúrese de introducir la navicilla en la zona de mayor calentamiento del tubo de combustión (horno de resistencia). En hornos de inducción, existe un dispositivo especial que hace que el crisol quede en la zona ideal para que se efectúe la combustión.

6.5 El tubo de combustión se conecta por un lado a la bureta, y por el otro a la salida del tren de purificación (hornos de resistencia). En hornos de inducción, se coloca el crisol sobre el pedestal, el cual sella con la parte ancha del tubo de combustión y automáticamente queda conectado al paso de oxígeno.

6.6 Se precalienta la muestra por espacio de 2 - 3 min.

6.7 Se abre el paso de oxígeno y se regula el flujo a 1000 - 1500 ml/min.

6.8 El dióxido de azufre producto de la combustión, comienza a burbujear en la solución ácida de KI-KI₂ en la cual se ha añadido entre 5 - 10 ml de la solución de almidón. (4.2.4).

6.9 En el momento en que la solución comienza a decolorarse, se va agregando solución de yoduro - yodato hasta obtener el mismo color azul que originalmente poseía la solución.

6.10 Cuando la solución permanezca con el mismo color azul, por más de 1 min, dé por terminada la titulación. Se anota este valor como

"A".

6.11 Se efectúa un "blanco" empleando los mismos materiales, a excepción de la muestra de acero. Se anota el resultado de la titulación como "B".

NOTA 3

Asegúrese de que en el sistema no exista escape de gases.

NOTA 4

Al comenzar la titulación, la solución debe poseer un tenue color azul, el cual va decolorando debido a que el SO₂ que se libera consume el I₂ libre. Durante el transcurso de la titulación, lógicamente hay que adicionar más KIO₃ para que se libere de I₂. El final de la titulación viene determinado por la reposición del color azul original.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 CONSTANTE DEL HORNO

7.1.1 Se pesa una muestra patrón de características similares de la muestra que se está analizando.

7.1.2 Se trata en la misma forma que la muestra, se quema y se anota este resultado como "C".

7.1.3 Se calcula K de la siguiente forma:

$$K = \frac{D \times \text{Peso del patrón}}{100 (C - B)}$$

donde:

D = porcentaje de S de la muestra patrón

C = porcentaje de S leído en la bureta

B = porcentaje de S de la muestra del "blanco"

7.2 Se calcula el porcentaje de azufre como sigue:

$$\% S = \frac{K \times (A - B)}{9}$$

donde:

K = constante del horno

A = lectura de la bureta al quemar la muestra

B = lectura de la bureta al quemar el blanco

g = peso de la muestra en g.

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

Ver anexo.

$$D \times \text{Peso del patrón}$$

donde:

D = porcentaje de S de la muestra patrón

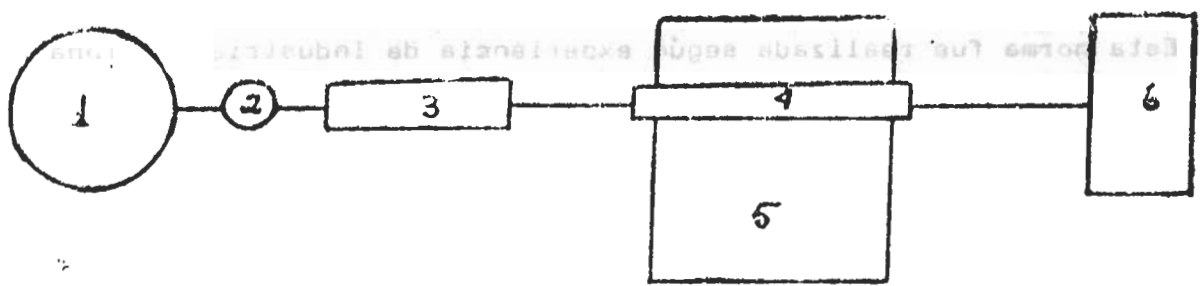
S = porcentaje de S leído en la bureta

B = porcentaje de S de la muestra del "blanco"

A = se calcula el porcentaje de azufre como

$$K \times (A - B)$$

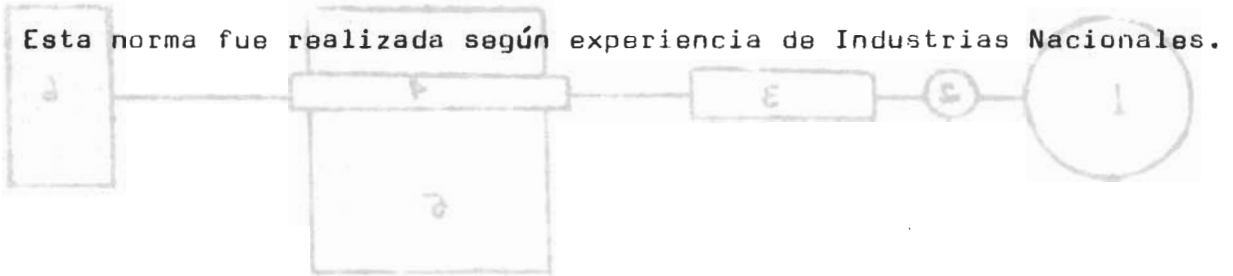
FIGURA 1



- 1 = bombona de oxígeno
- 2 = válvula para controlar flujo de oxígeno
- 3 = tren purificador
- 4 = tubo de combustión
- 5 = horno de resistencia o de inducción
- 6 = bureta para titular el SO₂

10 ANEXO

ANEXO



- 2 = punto de resistencia de inducción
 - 3 = tubo de combustión
 - 4 = tan purificador
 - 5 = válvula para controlar flujo de oxígeno
- ANEXO



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Edif. Fundación La Salle, 5° piso, Av. Boyacá (Cota Mil)
CARACAS

publicación de:

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN



FONDONORMA