
Norma Venezolana COVENIN



2472-87

Cobre y sus aleaciones. Determinación del cobre.
Método electrolítico



CUALQUIER TRADUCCIÓN O REPRODUCCIÓN PARCIAL O TOTAL DE LA PRESENTE NORMA SIN LA AUTORIZACIÓN DEL INSTITUTO VENEZOLANO DE NORMALIZACIÓN ESTÁ PROHIBIDA

541.135

1 - 9610 - 50 - 086 HASI

TRAMITE:

COMITE TECNICO CT8: MATERIALES METALICOS NO FERROSOS .

PRESIDENTE: ING. LEOPOLDO QUINTERO

VICEPRESIDENTES: ING. LUIS ROMERO

ING. JULIO VELASCO

SUBCOMITE TECNICO CT8/SC2: COBRE Y SUS ALEACIONES

COORDINADOR: ING. INES CONDE

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

A.I.H.M.

ALBERTO RIVERO

FAACA

LEOPOLDO MARCANO

FRIO-KING, C.A.

OSCAR OCARIZ
STELVIO UDINA

METALEX, C.A.

HERBERT RAMIREZ
JUAN CASAS
JESUS RAMIREZ

U.C.V. ESCUELA DE ING. METALURGICA

LEONARDO BERRIO

VORNADO DE VENEZUELA, C.A.

OSCAR RONDON

FECHA DE ENVIO A DISCUSION PUBLICA: 25-11-86

DURACION: 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 10-11-87

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 08-12-87

NORMA VENEZOLANA
COBRE Y SUS ALEACIONES
DETERMINACION DEL COBRE
METODO ELECTROLITICO

COVENIN
2472-87

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta norma es completa.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece el método electrolítico para la determinación del cobre en aleaciones que contengan un mínimo de 99,40% de cobre.

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

En este método la plata es depositada con el cobre, es pesada y reportada como cobre.

4 EQUIPOS E/O INSTRUMENTOS

4.1 ELECTRODOS DE PLATINO

4.1.1 La superficie de los electrodos de platino deberá ser lisa, limpia y brillante para facilitar deposición uniforme y buena adherencia.

4.1.2 Cátodos

4.1.2.1 Los cátodos de platino pueden ser conformados con láminas perforadas o no y pueden ser cilindros cerrados o abiertos.

4.1.2.2 El cilindro deberá ser de aproximadamente 30 mm de diámetro y 50 mm de altura.

4.1.2.3 La varilla deberá ser hecha con un alambre de aleación de platino, tal como platino-indio, platino-rodio o platino-rutenio, con un diámetro de 1,30 mm.

4.1.2.4 El tamaño del cátodo deberá ser de 130 mm. Un cátodo de estas dimensiones deberá tener un área de 135 cm², excluyendo la superficie exterior de la varilla.

4.1.3 Ánodos

4.1.3.1 Los ánodos de platino deberán ser en espiral cuando no se determinen depósitos anódicos o cuando éstos sean pequeños.

4.1.3.2 Cuando se utilizan en ensayos donde ambas placas catódicas y anódicas van a ser determinadas, los ánodos de platino deberán ser en espiral de 1,00 mm o de alambres de platino más largos formando un espiral de 7 vueltas, teniendo una altura de 50 mm y un diámetro de 12 mm. El tamaño total deberá ser de 130 mm. Un ánodo de esta descripción tendrá un área de 9 cm².

4.2 VIDRIOS DE RELOJ

4.3 VASOS DE PRECIPITADO DE 200 ó 300 ml.

4.4 BALANZA ANALITICA

4.5 PISETA

4.6 PAPEL DE FILTRO

4.7 CRISOL DE PORCELANA

4.8 ESTUFA

5 REACTIVOS

5.1 SOLUCION DE NITRATO FERRICO (70 g/l).

5.1.1 Se disuelven 70 g de $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ en 200 ml de ácido nítrico, HNO_3 (5%) y se diluye a 1 litro.

5.2 MEZCLA DE ACIDO NITRICO-SULFURICO

5.2.1 Se adicionan lentamente, a 750 ml de agua mientras se agita, 300 ml de ácido sulfúrico H_2SO_4 (96%).

5.2.2 Se enfria y se adicionan 210 ml de ácido nítrico, HNO_3 (65%).

5.3 METANOL O ETANOL

5.4 AGUA DESTILADA

5.5 SO_2 GAS

6 PROCEDIMIENTO

6.1 COBRE CON UNA PUREZA DE 99,90% Y MAS O DE ALTO GRADO

6.1.1 Se pesan de 5,0050 a 5,0070 g de la muestra.

6.1.2 Se transfiere la muestra a un vaso de precipitado de 200 ó 300 ml.

6.1.3 Se cubre con una tapa de vidrio que produzca buen cierre.

6.1.4 Se adicionan 42 ml de la mezcla de ácidos nítrico-sulfúrico y se deja reposar hasta que la reacción cesa.

6.1.5 Se calienta a temperatura entre 80 y 90°C hasta que la disolución se complete y los vapores oscuros hayan sido expulsados.

6.1.6 Se lava la tapa y las paredes del vaso de precipitado.

6.1.7 Se pesa el cátodo en la balanza analítica.

6.1.8 Se diluye la solución hasta que se cubra el cilindro del cátodo.

6.1.9 Se introducen los electrodos en la solución.

6.1.10 Se cubre con 2 pares de vidrio de reloj, se colocan separados a ángulos rectos cada uno.

6.1.11 Se electroliza a una densidad de corriente de 0,6 A/dm². (Ver NOTA 1).

NOTA 1: Cuando se usa una densidad de corriente de 0,6 A/dm², la electrólisis toma cerca de 16 h y es conveniente hacerlo de un día para otro.

6.1.12 Se reduce la densidad de corriente a 0,3 A/dm², cuando la solución se decolore.

6.1.13 Se lavan los vidrios de reloj, el cuerpo del electrodo y las paredes del vaso de precipitado.

6.1.14 Se continúa la electrólisis hasta que la deposición del cobre sea completa y el nivel de la solución aumente.

6.1.15 Se extrae el electrolito sin interrumpir la corriente y al mismo tiempo se agrega agua para mantener el nivel de la solución.

6.1.16 Se remueve el cátodo rápidamente, mientras se está lavando con agua usando una piseta.

6.1.17 Se lava el cátodo con agua y se introduce en dos baños sucesivos de metanol o etanol.

6.1.18 Se seca en un horno a 110°C de 3 a 5 min y se enfría.

6.1.19 Se pesan los depósitos como cobre metálico.

6.1.20 Se determina el porcentaje de cobre como se indica en el capítulo 7.

6.2 COBRE CON UNA PUREZA DE 99,40 a menos de 99,90%

6.2.1 Cobre fundido con alto contenido de Arsénico o de bajo grado

6.2.1.1 Se determina el cobre como se describe en el punto 6.1, con la modificación señalada en el punto 6.2.1.2.

6.2.1.2 Se disuelve la muestra adicionando 60 ml de la mezcla H₂SO₄-HNO₃.

6.2.2 Cobre fundido conteniendo pequeñas cantidades de impurezas o de bajo grado

Este procedimiento deberá ser usado sólo en la presencia de pequeñas cantidades de impurezas. Cuando estén presentes grandes cantidades, el análisis deberá ser hecho de acuerdo al punto 6.4.

6.2.2.1 Re-electrólisis.

6.2.2.1.1 Se disuelve la muestra y se electroliza como se describe desde el punto 6.1.1 hasta el punto 6.1.16.

6.2.2.1.2 Se coloca el cátodo en un vaso de precipitado de 300 ml y se tapa con un vidrio de reloj con un pequeño agujero lo suficiente para ajustar la varilla del electrodo.

6.2.2.1.3 Se adicionan 42 ml de la mezcla de $H_2SO_4 - HNO_3$ y suficiente agua para cubrir el cilindro del cátodo.

6.2.2.1.4 Se mantiene sobre el baño de vapor hasta que la parte estañada esté completamente disuelta.

6.2.2.1.5 Se diluye la solución hasta que cubra suficientemente el cátodo y se completa la determinación de acuerdo a los puntos 6.1.15 al 6.1.20.

6.3 COBRE FUNDIDO (QUE CONTENGA ANTIMONIO, BISMUTO, SELENIO Y TELURIO) O DE BAJO GRADO

Este procedimiento es adecuado para el análisis de cobre que contenga trazas de Antimonio y Bismuto pero suficiente Selenio y Telurio.

6.3.1 Se pesan de 5,0050 a 5,0070 g de la muestra.

6.3.2 Se transfiere la muestra a un vaso de precipitado de 300 ml.

6.3.3 Se agregan 42 ml de la mezcla de $H_2SO_4 - HNO_3$.

6.3.4 Se cubre con una tapa de vidrio.

6.3.5 Se deja reposar por algunos minutos, hasta que la reacción casi haya cesado.

6.3.6 Se calienta en el horno o en la estufa a una temperatura entre 80 y 90 °C hasta que la solución esté completa y se evaporen humos blancos o hasta que el residuo sea blanco.

6.3.7 Se redissuelve en 60 ml de agua y se satura en una solución hirviendo con SO_2 por 10 min. Se cesa el calentamiento de la muestra cuando el flujo de gas esté comenzando.

6.3.8 Se deja reposar el precipitado por algunas horas, se filtra y se lava con agua caliente.

6.3.9 Se hierve el filtrado lentamente, hasta que se remueva todo el SO_2 .

6.3.10 Se incinera el papel de filtro y se precipita en un crisol de porcelana

para volatilizar el Selenio y el Telurio.

6.3.11 Se disuelve el residuo en el crisol con 2 ml de HNO_3 y se agrega a la solución principal.

6.3.12 Se diluye la solución suficientemente hasta cubrir el cilindro del cátodo.

6.3.13 Se completa la determinación como se describe en los puntos 6.1.8 al 6.1.20.

6.4 COBRE FUNDIDO CONTENIENDO GRANDES CANTIDADES DE IMPUREZAS O DE BAJO GRADO

6.4.1 Se pesan de 5,0050 a 5,0070 g de la muestra.

6.4.2 Se transfiere la muestra a un vaso de precipitado de 300 ml.

6.4.3 Se agregan 42 ml de la mezcla de H_2SO_4 - HNO_3 .

6.4.4 Se cubre con una tapa de vidrio.

6.4.5 Se deja reposar por algunos minutos, hasta que la reacción casi haya cesado.

6.4.6 Se evapora lentamente hasta que todo el HNO_3 haya sido expulsado.

6.4.7 Se redissuelve en 70 ml de agua y se agregan 3 ml de solución de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$.

6.4.8 Se transfiere la solución a un vaso de precipitado de 250 ml.

6.4.9 Se calienta poco a poco hasta ebullición.

6.4.10 Se agrega NH_4OH para precipitar el hierro.

6.4.11 Se filtra a través de un papel de filtro de textura media de 9 cm de diámetro dentro del vaso de precipitado original.

6.4.12 Se lava el papel de filtro con solución de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (1%).

6.4.13 Se guarda el filtrado y la solución filtrada.

6.4.14 Se lava el precipitado, se regresa al vaso de precipitado y se disuelve en H_2SO_4 (50%).

6.4.15 Se precipita con NH_4OH , se guarda el líquido.

6.4.16 Se filtra a través del mismo papel y se lava con una solución de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (1%).

6.4.17 Se lava nuevamente el precipitado y se regresa al vaso de precipitado.

6.4.18 Se disuelve, se reprecipita, se filtra y se lava con una solución de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (1%).

6.4.19 Se desecha el precipitado, se combinan los dos filtrados con el filtrado según el punto 6.4.13.

6.4.20 Se evaporan poco a poco los filtrados combinados hasta un poco menos del volumen necesario para la electrólisis.

6.4.21 Se acidifica agregando 15 ml más un exceso de H_2SO_4 (33%) y 2 ml de HNO_3 .

6.4.22 Se diluye la solución suficientemente hasta que se cubra el cilindro del cátodo.

6.4.23 Se completa la determinación como se describe en los puntos 6.1.8 al 6.1.20.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El contenido de cobre se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Cu} = \frac{A}{B} \times 100$$

Donde:

Cu = Contenido de cobre, expresado en porcentaje.

A = Contenido de cobre, expresado en g.

B = Contenido de muestra usada, expresado en g.

8 INFORME

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

8.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN 2472.

8.2 Fecha y nombre de la persona que realizó el ensayo.

8.3 Identificación de la muestra.

8.4 Resultados obtenidos.

8.5 Observaciones.

BIBLIOGRAFIA

- ASTM E 53-48 Standard Method for CHEMICAL ANALYSIS OF COPPER (ELECTROLYTIC DETERMINATION OF COPPER). American Society for Testing and Materials. 1978. Annual Book of ASTM Standards. Part 12. Edited by ASTM. Easton, Md. USA.

CATEGORIA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andres Bello Edif. Torre Fondo Común Piso II
CARACAS

publicación de:



FONDONORMA

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN