
Norma Venezolana COVENIN



2599-89

**Carbón. Determinación del contenido de cloro.
Método eschka.**

CDU 662.749.661.41

ISBN 980-06-0420-0

TRAMITE

COMISION TECNICA CTXIV: CARBON

COORDINADORA: ING. INES CONDE

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

ALCASA

IVAN LUGO

FESILVEN

MORAINA DE ROBINSON

SIDOR

NIEVES LEONBRUNO
JESUS MARCANO

DISCUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO: 12-04-89

DURACION: 45 DIAS

FECHA DE APROBACION POR LA COMISION: 30-06-89

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 02-08-89

NORMA VENEZOLANA
CARBON
DETERMINACION DEL CONTENIDO DE CLORO
METODO ESCHKA

COVENIN
2599-89

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta Norma es completa.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece el método de ensayo para la determinación del contenido de cloro total en carbón.

3 RESUMEN DEL ENSAYO

3.1 La muestra se oxida por combustión y el contenido de cloro se absorbe en reactivos alcalinos por uno de los siguientes métodos:

3.1.1 Una muestra previamente pesada se homogeniza con la mezcla Eschka y se quema en una bomba que contiene oxígeno a presión adecuada y una pequeña cantidad de solución de carbonato de amonio. (Se indica en el anexo).

3.1.2 Una muestra previamente pesada se homogeniza con la mezcla Eschka y se calienta a una temperatura especificada en una atmósfera oxidante.

3.2 El cloruro contenido en la solución de carbonato de amonio mencionada en el punto 3.1.1 se extrae de la mezcla Eschka incinerada mencionada en el punto 3.1.2 y se determina por titulación potenciométrica o por el procedimiento Volhard modificado.

4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

4.1 BALANZA CON APRECIACION DE 0,1 mg

4.2 EQUIPOS PARA LA COMBUSTION DE LA MEZCLA ESCHKA

4.2.1 Crisol

De porcelana, platino o silice de 30 ml de capacidad.

4.2.2 Horno-Mufla

Capaz de mantener una temperatura uniforme de 675 ± 25 °C y con una buena circulación de aire.

4.3 EQUIPO PARA LA TITULACION POTENCIOMETRICA

4.3.1 Conjunto de titulación potenciométrica, usando electrodos de plata y plata-cloruro de plata.

4.4 AGITADOR DE VIDRIO

4.5 MATRAZ AFORADO DE 1 L

4.6 VASO DE PRECIPITADO DE 100 ml

4.7 VIDRIO DE RELOJ

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 PUREZA DE REACTIVOS

Se deben utilizar reactivos de grado analítico.

5.2 AGUA DESTILADA

5.3 MEZCLA ESCHKA

Se mezclan continuamente 2 partes en peso de óxido de magnesio (MgO) levemente calcinado con una parte de carbonato de sodio anhidrido (Na_2CO_3). Ambos materiales deben estar libres de cloruro.

5.4 SOLUCION INDICADORA DE SULFATO FERRICO AMONIACAL

Se añade suficiente ácido nítrico (HNO_3) concentrado a una solución saturada y fría de sulfato férrico amoniacal ($FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$) hasta eliminar el color marrón.

5.5 ACIDO NITRICO (1:1)

Se mezclan volúmenes iguales de ácido nítrico concentrado (HNO_3) y agua destilada.

5.6 NITROBENCENO ($C_6H_5NO_2$)

5.7 SOLUCION ESTANDAR DE TIOCIANATO DE POTASIO (0,025N)

Se disuelven 3 g de tiocianato de potasio ($KCNS$) en agua destilada hervida o destilada recientemente, se diluye a 1 litro y se estandariza con solución de nitrato de plata ($AgNO_3$) 0,025N (Ver punto 5.8).

5.8 SOLUCION ESTANDAR DE NITRATO DE PLATA ($AgNO_3$) (0,025 N)

5.8.1 Se pesan 4,247 g de nitrato de plata ($AgNO_3$) previamente triturado y secado a $125^\circ C$ durante 2 ó 3 h. Se disuelven en agua destilada y se diluye a 1 litro.

5.9 PAPEL DE FILTRO. De filtrado rápido y resistente al ácido.

5.10 ALAMBRE DE ACERO O PLATINO

6 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra a ensayar consiste en 1 g de carbón seco al aire que pase el cedazo COVENIN 250 μ m (No. 60).

Se une la muestra de ensayo con 3 g de mezcla Eschka en el crisol y se cubre con 2 g de ésta.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 COMBUSTION

7.1.1 Se coloca el crisol en un horno mufla frío y gradualmente se lleva la temperatura a $675 \pm 26^\circ\text{C}$ en 1 h.

7.1.2 Se mantiene esta temperatura por 1 1/2 h y luego se retira el crisol.

7.1.3 Se agita con un alambre de acero o platino y se observa si hay algún remanente de carbón sin quemar. Si se encuentra algún resto se retorna el crisol al horno por 1/2 h adicional o hasta que no quede carbón sin quemar remanente.

7.2 PREPARACION DE LA SOLUCION DE CLORO

7.2.1 Se transfiere la mezcla incinerada en un vaso de precipitado. Se añaden una pequeña cantidad de agua caliente y con precaución 40 ml de ácido nítrico (HNO_3) (1:1).

7.2.2 Se cubre el vaso de precipitado con un vidrio de reloj y se agita vigorosamente la solución.

7.2.3 Se filtra la solución a través del papel de filtro.

7.2.4 Si se trata de un carbón de baja ceniza no es necesario filtrarlo.

7.3 DETERMINACION DEL BLANCO

Se prepara una solución para la determinación del blanco que contenga todos los reactivos utilizados en la determinación de la muestra y en la misma cantidad.

7.4 TITULACION DEL CLORO

7.4.1 Titulación potenciométrica

Se titula con solución de nitrato de plata (AgNO_3) 0,025N, utilizando electrodos de plata-cloruro de plata ($\text{Ag} - \text{AgCl}$) y se determina el punto final con el potenciómetro.

7.4.2 Titulación Volhard

7.4.2.1 Se adicionan 20,0 ml de solución de nitrato de plata (AgNO_3) 0,025N, se mezcla y se deja reposar por 15 min.

7.4.2.2 Se calienta suavemente la solución durante 5 min y se enfría a temperatura ambiente. Se adicionan de 5 a 10 ml de nitrobenzeno, se agita por 1 min y se añaden de 8 a 10 gotas de solución de $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$.

7.4.2.3 Se titula con la solución de tiocianato de potasio (KCNS). El punto final de la determinación se logra cuando la solución cambia a un color rosado-naranja tenue.

B EXPRESION DE RESULTADOS

B.1 El contenido de cloro si se utilizó titulación potenciométrica, se calcula por la siguiente fórmula:

$$C = 0,0886 \frac{A-B}{M}$$

Donde:

C = Contenido de cloro, expresado en porcentaje en peso.

A = Cantidad de AgNO_3 requerida para la titulación de la muestra, expresada en ml.

B = Cantidad de AgNO_3 requerida para la titulación del blanco, expresada en ml.

M = Cantidad de muestra utilizada, expresada en g.

B.2 El contenido de cloro, si se utilizó titulación Volhard, se calcula por la siguiente fórmula:

$$C = 0,0886 \frac{B-A}{M}$$

Donde:

C = Contenido de cloro, expresado en porcentaje en peso.

B = Cantidad de KCNS requerida para la titulación del blanco, expresada en ml.

A = Cantidad de KCNS requerida para la titulación de la muestra, expresada en ml.

M = Cantidad de muestra utilizada, expresada en g.

9 INFORME

El informe debe contener como mínimo lo siguiente:

9.1 Ensayo realizado según lo establecido en la Norma Venezolana COVENIN 2599.

9.2 Fecha de realización del ensayo.

- 9.3 Nombre de la persona que realizó el ensayo.
- 9.4 Identificación de la muestra.
- 9.5 Método utilizado.
- 9.6 Resultados obtenidos.
- 9.7 Observaciones.

10 PRECISION

10.1 REPETIBILIDAD

Los resultados de determinaciones duplicadas llevadas a cabo en tiempos diferentes en el mismo laboratorio, por el mismo operador, con el mismo equipo en cantidades representativas tomadas de la misma muestra, después de finalizar las etapas del proceso de reducción, no deben diferir más del 0,03% del contenido de cloro.

10.2 REPRODUCIBILIDAD

Los resultados de determinaciones duplicadas llevadas a cabo en dos laboratorios diferentes en cantidades representativas tomadas de la misma muestra después de finalizar las etapas del proceso de reducción no deberán diferir más del 0,05% del contenido de cloro.

BIBLIOGRAFIA

- ANSI/ASTM D 2361-78 Standard Test Method for Chlorine in coal. American Society for Testing and Materials, 1986 Annual Book of ASTM Standards Part 26. Edited by ASTM. Easton, Md. USA.

ANEXO A

METODO DE LA BOMBA DE OXIGENO

A.1 EQUIPOS

A.1.1 Bomba de combustión de la muestra

A.1.1.1 Bomba de oxígeno

A.1.1.1.1 Construida de materiales que no sean afectados por el proceso de combustión.

A.1.1.1.2 No debe permitir escape de gas durante el ensayo.

A.1.1.1.3 Debe ser capaz de soportar en todas sus partes una presión hidrostática de ensayo de 20 MPa (3000 Psi) a temperatura ambiente.

A.1.1.2 Cápsula

Debe ser de aproximadamente 25 mm de diámetro en la parte superior y de 12 mm en la parte inferior.

A.1.1.3 Alambre de conducción

Debe ser 100 mm de alambre de aleación cromo-níquel o 100 mm de alambre de hierro.

A.1.1.4 Circuito de conducción

Se requiere de 6 a 16 V en corriente directa, para propósitos de ignición. Debe tener un amperímetro o una luz piloto en el circuito para indicar cuando la corriente está fluyendo.

A.1.1.5 Vaso de metal

Cilíndrico, de forma tal que la bomba esté completamente inmersa cuando se añaden 2 litros de agua.

A.2 REACTIVOS

A.2.1 Solución de carbonato de amonio

Se disuelven 10 g de carbonato de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en 100 ml de agua. Se debe utilizar la solución preparada recientemente.

A.2.2 Oxígeno

A.2.2.1 Debe estar libre de materia combustible.

A.2.2.2 99,5% de pureza.

A.3 PREPARACION DE LA MUESTRA

A.3.1 La muestra a ensayar consiste en 1 g de carbón seco al aire que pase el cedazo COVENIN 250 μ m (No. 60).

A.3.2 Se une la muestra de ensayo con 1 g de mezcla Eschka en un crisol de porcelana y se transfiere a la cápsula.

A.4 PROCEDIMIENTO

A.4.1 Preparación de la bomba de oxígeno

A.4.1.1 Se colocan 5 ml de solución de carbonato de amonio en la bomba y con un pincel de goma se humedece la superficie interior de ésta, incluyendo el tope tan profundo como sea posible.

A.4.1.2 Se conecta el alambre de encendido de longitud adecuada a los terminales de ignición, con libertad de movimiento para permitir que el alambre de encendido mantenga contacto con la muestra. Si se utiliza hilo de algodón, se conecta el alambre de encendido a través del terminal de ignición y se ata el hilo de algodón alrededor del centro.

A.4.1.3 Se colocan los terminales del hilo de algodón de forma tal que estén en contacto con la muestra y se ensambla normalmente la bomba.

A.4.2 Adición de oxígeno

A.4.2.1 Se inyecta lentamente el oxígeno para evitar soplo de carbón de la cápsula, hasta que se alcance la presión de 25 atm (Ver Nota A).

NOTA A: Precauciones.

A.1) El peso de la muestra de carbón y la presión de entrada del oxígeno a la bomba no deben exceder de las recomendaciones de fabricación de la bomba.

A.2) Las partes de la bomba deben ser inspeccionadas cuidadosamente después de cada uso.

A.3) El cilindro de oxígeno debe estar equipado con un dispositivo de seguridad, tal como válvula de reducción, en adición a la válvula de aguja y manómetro utilizado en la regulación de la presión de alimentación del oxígeno a la bomba. La presión manométrica debe ser verificada periódicamente para seguridad.

A.4) Durante la ignición de la muestra, el operador no debe permitir que alguna parte de su cuerpo se extienda sobre el calorímetro.

A.4.3 Se introduce la bomba en el baño de agua.

A.4.4 Preparación de la solución de cloro

A.4.4.1 Se remueve la bomba del baño de agua, se reduce la presión con una velocidad uniforme a la presión atmosférica en no menos de 1 min, se abre la bomba y se observa el interior para verificar la presencia de trazas o materiales sin quemar o depósitos de hollín. Si se encuentra algo, se descarta la determinación y se lavan bien todas las partes interiores de la bomba antes de usarla.

nuevamente.

A.4.4.2 Se lava la cápsula con la muestra, el interior de la boaba y la superficie interna de la cubierta con una piseta que contenga agua caliente y se recolectan los lavados en un vaso de precipitado. Se debe tomar especial cuidado de no perder agua del lavado.

A.4.4.3 Se acidifican los lavados de la bomba con 3 ml de ácido nítrico (HNO₃) concentrado. Si la solución obtenida es clara se titula directamente, si se observa turbidez, se filtra antes de titular.

A.4.5 Titulación

Se procede como se indica en los puntos 7.4.1 ó 7.4.2.

A.5 INFORME

A.5.1 Ver punto 9.