

CDU
669.14:620.17

COVENIN
305-80

MINISTERIO DE FOMENTO



**COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES**

NORMA VENEZOLANA

**METODO GRAVIMETRICO DE DETERMINACION
DE CARBONO POR COMBUSTION DIRECTA
EN ACEROS AL CARBONO**

CDU

669.14:.620.17

COVENIN

305-80

NORMA VENEZOLANA
METODO GRAVIMETRICO DE DETERMINACION
DE CARBONO POR COMBUSTION DIRECTA EN
ACEROS AL CARBONO

TRAMITE:

COMITE: CT7 MATERIALES FERROSOS

PRESIDENTE: RAMIRO ABREU

VICEPRESIDENTE: ENRIQUE MARTINEZ VILLASMIL

SECRETARIO: IYANU HOSTOS B.

SUBCOMITE: CT7/SC8 METODOS DE ENSAYOS QUIMICOS

COORDINADOR: JULIO CESAR VASQUEZ

PARTICIPANTES

VICSON

RUSBER ORTEGA

JOSE RIVERO

SIDOR

JUAN ARNAIZ

ARTURO PERIS

ARIS MONTEVERDE

SIVENSA

HORACIO MENDEZ

GENERAL MOTORS

JAIME GIRAUD

VAN DAM

RENE FLORES

FERROMINERA DEL ORINOCO

R. LEOMBRUNO

U.C.V.

MIGUEL S. MEZA

INVESTI

HENRIQUE MENDEZ LL.

D.N.C.C.

KEYLA SOTELDO

GLORIA GARCIA

ERNESTO AGUIRRE

JULIO CESAR VASQUEZ

DISCUSION PUBLICA: Fecha de envío: 13-6-79

Duración: 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 3-03-80

FECHA DE APROBACION POR COVENIN 15-04-80

NORMA VENEZOLANA

METODO GRAVIMETRICO DE DETERMINACION DE CARBONO POR COMBUSTION DIRECTA EN ACEROS AL CARBONO COVENIN 305-80

1 ALCANCE

Esta Norma contempla el método gravimétrico por combustión directa para determinar el contenido de carbono en aceros al carbono.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 834-75 "Métodos de obtención de muestras, para la determinación de su composición química".

3 RESUMEN DEL ENSAYO

El método descrito en la presente Norma consiste en fundir una muestra de acero en un horno eléctrico y en corriente de oxígeno y luego pesar el anhídrido carbónico producido por la fusión del acero.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

Se requieren los aparatos usuales de laboratorio químico, necesario para construir el montaje que indica la figura 1 y que consta de las siguientes partes:

4.1.1 Fuente de oxígeno.

4.1.2 Válvula reductora de presión y rotámetro.

4.1.3 Un sistema para purificación de oxígeno que constará de:

4.1.3.1 Un frasco lavador con solución de hidróxido de potasio al 30%.

4.1.3.2 Un tubo en "U" o su equivalente, con "ascarita"

4.1.3.3 Un frasco lavador con ácido sulfúrico.

4.1.4 Un horno eléctrico de resistencia o inducción capaz de elevar la temperatura de la muestra de 1.100° 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. Este podrá ser de porcelana, silimanita, cuarzo, arcilla o platino.

4.1.6 Un tablero de control que conste de:

4.1.6.1 Un par termoelectrico construido generalmente de platino-rodio (10%), protegido adecuadamente.

4.1.6.2 Un dispositivo de control y regulacion de la temperatura.

4.1.6.3 Unidad catalitica para completar la combustión del carbono (Ver nota 1).

4.1.7 Un dispositivo para retención de los óxidos sólidos formados en la combustión.

4.1.8 Un dispositivo que contenga un agente de retención (Dióxido de Manganeso, Permanganato de Potasio,) de los compuestos de azufre de los gases de combustión (Ver nota 2).

4.1.9 Un frasco con ácido sulfúrico concentrado, para eliminar la humedad de los gases formados.

4.1.10 Un tubo en "U" o su equivalente que contenga cloruro de calcio o perclorato de magnesio para eliminar los últimos residuos de humedad.

4.1.11 Un frasco que contenga "ascarite" y cloruro de calcio; en la "ascarite" se fija el anhídrido carbónico y en el cloruro de calcio el agua formada en la reacción de absorción (Ver nota 3).

4.1.12 Un tubo en "U" o su equivalente que contenga cloruro de calcio en la rama conectada al absorbedor y en la "ascarite". Este tubo evita que el dióxido de carbono y la humedad del aire se fijen en el ab-

sorbedor.

NOTA 1:

Esta unidad no es necesaria en algunos hornos.

NOTA 2:

Se cambia tantas veces como sea necesario la lana de vidrio de la trampa de azufre, así como también el dióxido de manganeso cuando empiece a cambiar de color.

NOTA 3:

Después de doscientas determinaciones, o antes si se juzga necesario, cámbiese el "ascarite" y el cloruro de calcio del absorbedor.

4.2 REACTIVOS

4.2.1 Eter etílico "grado técnico" u otro solvente orgánico apropiado.

4.2.2 Hidróxido de potasio.

4.2.3 "Ascarite" (hidróxido de sodio y asbesto).

4.2.4 Acido sulfúrico.

4.2.5 Bióxido de manganeso, permanganato de potasio, etc.

4.2.6 Cloruro de calcio anhidro o perclorato de magnesio anhidro.

4.2.7 Láminas o granallas de estaño de 30 mallas, cobre electrolítico exento de materias orgánicas u óxido de cobre.

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 CONDICIONES DE ENSAYO

- 6.1 El ensayo se efectuará a temperatura ambiente.
- 6.2 Todos los crisoles, navecillas y tapas se someten a una temperatura de aproximadamente 900°C durante 60 minutos antes de usarse.

7 PROCEDIMIENTO

- 7.1 Se comprueba que en el sistema no haya pérdida de gases.
- 7.2 Se conecta el horno eléctrico hasta obtener una temperatura constante entre 1.100°C, según el tipo de acero.
- 7.3 Se pasa una corriente de oxígeno (500 a 600 ml/min) durante 5 minutos con el sistema de aparatos conectados.
- 7.4 Se suspende el flujo de oxígeno, se desconecta el frasco absorbedor y se pesa con precisión de 0,1 mg cuando haya adquirido la temperatura de la balanza. Se anota este peso como "A" y se conecta el frasco al sistema.
- 7.5 Se lava la muestra con éter etílico o el solvente orgánico elegido para eliminar la materia orgánica superficial (grasa, aceite).
- 7.6 Se pesan al 0,1 mg aproximadamente, 1-2 g de la muestra, de acuerdo con el contenido de carbono y se anota este peso como "M".
- 7.7 Se transfiere cuantitativamente la muestra a una navecilla y se coloca sobre la muestra una cantidad de fundente (4.2.7) ligeramente inferior a ella.
- 7.8 Se cubre la navecilla con su tapa protectora y se introduce en la zona de mayor calentamiento del tubo de combustión, se tapa éste, conectándolo con la salida de oxígeno del tren de purificación.

7.9 Después de precalentar la muestra (2 a 3 min), se abre el paso de oxígeno con un flujo de 300 a 500 ml/min.

7.10 Después de la combustión (3 a 5 min), se disminuye el flujo de oxígeno hasta 200 a 500 ml/min durante 6 a 8 min con el fin de arrastrar hacia el frasco absorbedor todo el anhídrido carbónico producido.

7.11 Se procede como se indica en el punto 7.4 abriendo momentáneamente la llave del frasco y se anota este peso como "B".

7.12 Se saca la navecilla del tubo de combustión y se examina la fusión; si ésta no es homogénea, es evidencia de combustión incompleta y se debe repetir la determinación aumentando el flujo de oxígeno o bien el tiempo de precalentamiento o combustión.

7.13 Se realiza un ensayo en blanco siguiendo el mismo procedimiento descrito, en ausencia de muestra y usando las mismas cantidades de reactivos.

Se efectúa esta prueba hasta obtener, por lo menos, dos pesadas consecutivas que varíen entre sí en 0,1 mg y se anota este valor como "D".

7.14 Se realiza un ensayo testigo siguiendo el mismo procedimiento descrito, usando una muestra patrón certificada, con un contenido de carbono conocido y similar al de la muestra. Con esta se comprueba el aparato y el método de operación empleado.

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 El porcentaje de carbono contenido en la muestra se calcula de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\% C = \frac{27,29 (B - A) - D}{M}$$

donde:

- % C = Contenido de carbono en porcentaje
- A = Peso del absorbente antes de la determinación, expresado en g.
- B = Peso del absorbedor después de la determinación, expresado en g.
- D = Peso del anhídrido carbónico en gramos, determinado en la prueba en blanco
- M = Peso de la muestra, expresado en g .

8.2 REPRODUCIBILIDAD

La precisión de los resultados se expresa con las siguientes tolerancias:

<u>Contenido de Carbono</u>	<u>Tolerancias</u>
de 0 a 0,75 %	$\pm 0,01 \%$
0,76 a 2 %	$\pm 0,02 \%$

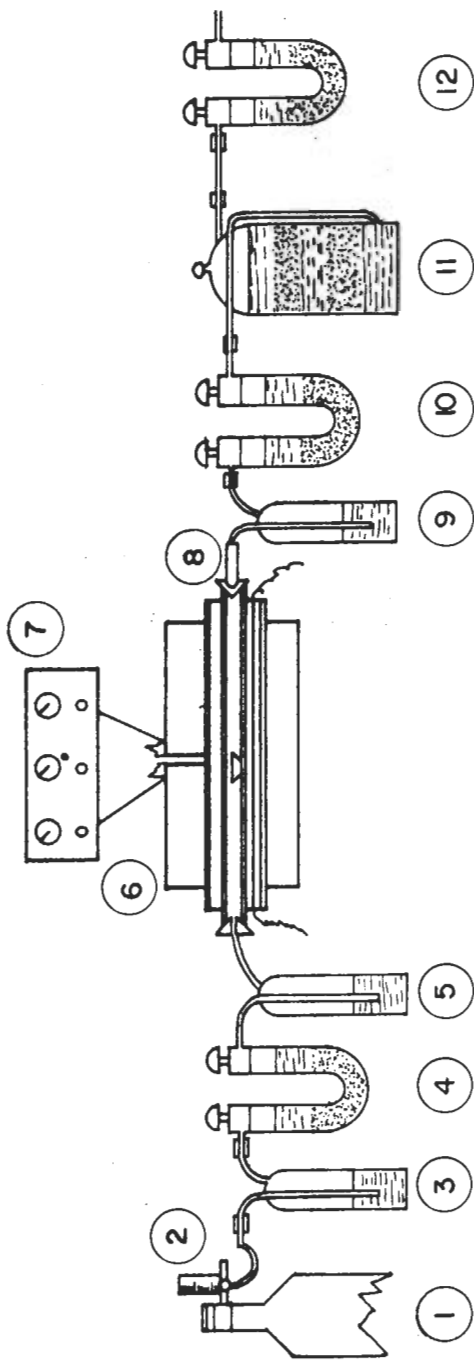
9 INFORME

El informe debe contener:

- 9.1 Ensayo realizado según Norma Venezolana COVENIN Nº
- 9.2 Fecha en la cual se realizó el ensayo.
- 9.3 Identificación de la muestra.
- 9.4 Resultados del ensayo.
- 9.5 Observaciones.
- 9.6 Nombre del analista.

10 RELACION CON OTRAS NORMAS

COPANT R-21 Aceros al carbono. Método gravimétrico de determinación de carbono por combustión directa.



- 1- TANQUE DE OXIGENO
- 2- ROTAMETRO Y VALVULA REDUCTORA DE PRESION
- 3- FRASCO LAVADOR KOH
- 4- TUBO EN U (Ascarite)
- 5- FRASCO LAVADOR (H_2SO_4)
- 6- HORNO DE COMBUSTION

- 7- TABLERO DE CONTROL
- 8- SEPARADOR DE AZUFRE
- 9- FRASCO DESHUMIFICADOR (H_2SO_4)
- 10- TUBO EN U SECADOR ($CaCl_2$)²
- 11- FRASCO ABSORBEDOR (Ascarite)
- 12- TUBO EN U ($CaCl_2$ + Ascarite)

NOTA: EL ESQUEMA PRESENTE CORRESPONDE A UNO DE LOS TIPOS DE APARATOS QUE PUEDEN SER EMPLEADOS PARA ESTA DETERMINACION.

FIGURA I
 APARATOS USADOS EN LA DETERMINACION GRAVIMETRICA DEL CARBONO

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