

CDU
669.14.620.17

COVENIN
307-80

MINISTERIO DE FOMENTO



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES

NORMA VENEZOLANA

METODO DEL MOLIBDATO-MAGNESIA
PARA LA DETERMINACION CUANTITATIVA
DEL FOSFORO EN ACEROS AL CARBONO

CDU

669.14:620.17

COVENIN

307-80

NORMA VENEZOLANA
METODO DEL MOLIBDATO-MAGNESIA PARA LA
DETERMINACION CUANTITATIVA DEL FOSFORO
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

CDU

NORMA VENEZOLANA

669.14:620.17

METODO DEL MOLIBDATO-MAGNESIA
PARA LA DETERMINACION CUANTI-
TATIVA DEL FOSFORO EN ACEROS
AL CARBONO

COVENIN

307-80

1 ALCANCE

Esta Norma contempla el método del molibdato - magnesia para la de-
terminación cuantitativa del fósforo en aceros al carbono.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

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

3 EQUIPO DE ENSAYO

3.1 APARATOS

Se requieren los aparatos usuales de laboratorio químico.

3.2 REACTIVOS

3.2.1 Acido nítrico (1:3).

3.2.2 Acido nítrico (1:50).

3.2.3 Acido clorhídrico (1:1).

3.2.4 Acido clorhídrico (1:20).

3.2.5 Acido fluorhídrico.

3.2.6 Acido sulfúrico.

3.2.7 Acido cítrico.

3.2.8 Solución de permanganato de potasio (2,5%).

3.2.9 Solución de molibdato de amonio

Se colocan en un matraz de 800 ml, 65 g de hepta-molibdato de amonio tetra-hidratado; 225 g de nitrato de amonio; 15 ml de hidróxido de amonio y 600 ml de agua; se agita y se calienta suavemente. Cuando los cristales estén disueltos, se filtra (sin lavar) y se diluye a 1000 ml con agua.

3.2.10 Mezcla magnesiada

Se disuelven 130 g de sulfato magnésico hepta-hidratado y 75 g de sulfato de amonio en 500 ml de agua. Se añade hidróxido de amonio en pequeño exceso y se deja reposar durante la noche, se filtra si aparece algún precipitado. Se añade ácido sulfúrico hasta hacerlo ligeramente ácido, se diluye a 1 litro y se guarda en un frasco con tapa de vidrio.

3.2.11 Solución de hidróxido de amonio (1:1).

3.2.12 Solución de hidróxido de amonio (1:20).

3.2.13 Solución de nitrato de potasio (1%).

4 MATERIAL A ENSAYAR

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

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Se pesan aproximadamente 3 g de la muestra con una precisión de 0,1 mg y se anota este peso como "M".

5.2 Se transfiere cuantitativamente la muestra a un matraz de 300 ml de capacidad, se disuelve la muestra en 125 ml de ácido nítrico (1:3).

5.3 Se oxida la materia orgánica, añadiendo 10 ml de la solución de permanganato de potasio (2,5%) y se hierve de 3 a 5 minutos (Nota 1).

5.4 Se disuelve el precipitado añadiendo gota a gota, una solución saturada de sulfito de sodio preparada recientemente o ácido sulfuroso y se hierve unos minutos hasta expulsión de los óxidos de nitrógeno.

5.5 Se enfría a 75°C aproximadamente y se añade 85 ml de solución de molibdato de amonio. Se tapa el frasco con un vidrio de reloj, se agita por 10 minutos y se deja reposar por 2 horas o más.

5.6 Se filtra a través de un filtro tupido

Se lava el matraz, el precipitado y el papel con ácido nítrico diluido (1:50) en frío, y luego 5 veces con solución de nitrato de potasio (1%).

5.7 Se retiene el filtrado y el líquido de lavado, y se observa si aparece algún precipitado de fosfomolibdato.

5.8 Se disuelve el precipitado contenido en el filtro y en el matraz original con 20 ml de hidróxido de amonio (1:1), al que se le han añadido 2 g de ácido cítrico, se recoge la solución en un matraz de 250 ml, se lava el filtrado varias veces con hidróxido de amonio (1:20), luego con agua caliente y finalmente con ácido clorhídrico (1:20) (Nota 2).

5.9 Se acidifica la solución amoniacal con ácido clorhídrico (1:1), se añaden 20 ml de la mezcla magnesiana, se enfría y se añade hidróxido de amonio lentamente hasta que la solución sea debilmente amoniacal.

5.10 Se agita vigorosamente por 5 minutos o hasta que aparezca un precipitado cristalino y por último se añaden 5 a 10 ml de hidróxido de amonio (1:1).

5.11 Se deja reposar la solución durante 12 horas aproximadamente se filtra y se lava moderadamente el precipitado con una solución de hidróxido de amonio (1:20).

5.12 Se disuelve el precipitado en el filtro con 20 ml de ácido clorhídrico (1:1), recibiendo la solución en el matraz original. Se lava el filtro con ácido clorhídrico (1:1) caliente (Nota 3).

Nota 1

Si no se forma precipitado, se añade más permanganato de potasio y se hierve de nuevo.

Nota 2

Si la solución amoniacal de fosfomolibdato no aparece clara, calienta hasta ebullición, se filtra a través del mismo papel, se lava con agua caliente, se quema en un pequeño crisol de platino y se funde cualquier residuo presente con tan pequeña cantidad de Na_2CO_3 como sea posible (no mayor de 0,5 gramos), se enfría, se extrae el residuo con agua caliente, se filtra y se añade la solución acuosa a la solución amoniacal.

Nota 3

Se añade de 0,5 a 1 g de bromuro de amonio y se hierve suavemente la solución clorhídrica hasta alcanzar un volumen de 5 a 10 ml (pero no a sequedad) para eliminar el arsénico. Se diluye a un volumen de 50 a 75 ml, se añade de 0,1 a 0,2 g de ácido cítrico y 2 a 3 ml de la mezcla magnesiana ácida y enfríe. Se hace amoniacal, se agita de nuevo y se deja reposar en un lugar fresco de 4 a 24 horas y se filtra se lava con hidróxido de amonio (1:20), se calcina el precipitado cuidadosamente y a tan baja temperatura como sea posible hasta que el carbón haya sido destruido y el residuo sea blanco. Por último, se calcina peso constante de 1000 a 1100°C. Se disuelve el precipitado calcinado con 5 ml de ácido clorhídrico (1:1) y 20 ml de agua. Si no queda residuo, el precipitado calcinado puede considerarse como de pirofosfato de magnesio. Si queda residuo se filtra se lava con agua caliente, se calcina y se pesa.

Se trata con unas gotas de ácido fluorhídrico, se evapora a sequedad se calcina y se pesa de nuevo. Se resta cualquier pérdida del peso del residuo original de pirofosfato y se calcula el porcentaje de

fósforo en base al pirofosfato de magnesio purificado (Nota 4).

Nota 4

Precipitado a 25°C, el arsénico cuando está presente en pequeñas cantidades precipitada y por consiguiente, el tratamiento con bromuro de amonio puede ser omitido.

6 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El porcentaje de fósforo presente en la muestra se calcula de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\% P = \frac{P \times 0,27825 \times 100}{M}$$

donde:

P = Peso de pirofosfato de magnesio

M = Peso de la muestra

0,27835 = Factor de conversión de pirofosfato de magnesio a fósforo.

7 INFORME

El informe debe contener lo siguiente:

- 7.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN N°
- 7.2 Fecha en la cual se realizó el ensayo.
- 7.3 Identificación de la muestra.
- 7.4 Resultados del ensayo.
- 7.5 Observaciones.
- 7.6 Nombre del analista.

8 RELACION CON OTRAS NORMAS

ASTM E 30-73 Chemical analysis of steel, cast iron, open - hearth iron, and wrought iron.

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