

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
309 - 90**

**MATERIALES FERROSOS.
DETERMINACIÓN CUANTITATIVA
DEL FÓSFORO.
MÉTODO FOTOMETRICO
MEDIANTE EL AZUL DE
MOLIBDENO.**

(1^{ra.} REVISIÓN)



PROLOGO

La presente norma constituye una revisión de la Norma Venezolana COVENIN 309-79 "Método fotométrico mediante el azul de molibdeno para la determinación cuantitativa del fósforo en aceros", la cual fue ratificada en todo su ámbito técnico.

TRAMITE

COMITE TECNICO CT7: MATERIALES FERROSOS

PRESIDENTE: DR. CESAR MENDOZA

VICEPRESIDENTES: ING. AMADOR HERNANDEZ
ING. JOHN SUBERO

SECRETARIO: ING. INES CONDE

SUBCOMITE TECNICO CT7/SC2: METODOS DE ENSAYO

COORDINADOR: ING. SANTA RIVERA

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTES

PETROLEOS DE VENEZUELA, S.A. (P.D.V.S.A.)

JOHN SUBERO

SIDERURGICA DEL ORINOCO, C.A. (SIDOR)

LUIS CUMANA
GUSTAVO RODRIGUEZ

SIDERURGICA DEL TURBIO (SIDETUR)

RICARDO GATTI

CASIMA

LIDA FERRER

INSTITUTO VENEZOLANO DE SIDERURGIA (I.V.E.S.)

ESTRELLA MELENDEZ

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 07-11-90

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 05-12-90

NORMA VENEZOLANA
MATERIALES FERROSOS. DETERMINACION
CUANTITATIVA DEL FOSFORO. METODO FOTOMETRICO
MEDIANTE AL AZUL DE MOLIBDENO

COVENIN
309-90
(1ra. Revisión)

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

- COVENIN 834-75 MATERIALES FERROSOS. METODOS DE OBTENCION DE MUESTRAS PARA LA DETERMINACION DE SU COMPOSICION QUIMICA.
- COVENIN 2670-89 PRODUCTOS QUIMICOS PELIGROSOS. MEDIDAS DE PREVENCION, RIESGOS Y CONTROL DE ACCIDENTES.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece la determinación cuantitativa del fósforo, en intervalos de concentración de 0,01% a 0,25% por el método fotométrico mediante el azul de molibdeno en aceros al carbono, aceros de baja aleación, aceros silicicos, fundiciones y arrabios.

3 RESUMEN DEL ENSAYO

3.1 El método de ensayo consiste en disolver la muestra en una mezcla de ácidos y evaporar la solución resultante con ácido perclórico, añadiendo luego molibdato de amonio el cual reacciona con el fósforo. El compuesto resultante en esta reacción se reduce con sulfato de hidrazina para formar el complejo azul de molibdeno.

3.2 Este método ha sido descrito para celdas que tengan 1 cm de paso de luz. Para otro tipo de celdas se deben hacer ajustes en las cantidades de muestras y reactivos.

4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

- 4.1 Fotocolorímetro.
- 4.2 Plancha de calentamiento.
- 4.3 Campana de extracción de gases

4.4 Balanza analítica.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 REACTIVOS

5.1.1 Eter etílico "grado técnico"

5.1.2 Acido clorhídrico (HCl) diluido, 5:95

5.1.3 Agua destilada

5.1.4 Solución de Heptamolibdato de amonio. Esta solución puede obtenerse de la siguiente forma: Se disuelven 20 g de heptamolibdato de amonio libre de fósforo en una solución que contiene 300 ml de ácido sulfúrico y 500 ml de agua. Se diluye a 1 l y se homogeneiza (Nota 1).

5.1.5 Solución de sulfato de hidrazina (1,5 g/l). Se prepara disolviendo 1,5 g de sulfato de hidrazina ($(\text{NH}_2)_2 \text{H}_2\text{SO}_4$) en agua, se diluye a 1 l y se homogeneiza (Nota 2).

5.1.6 Solución de Heptamolibdato de amonio. Sulfato de hidrazina.

Se prepara diluyendo 250 ml de la solución de heptamolibdato de amonio a 500 ml, luego se añaden 100 ml de la solución de sulfato de hidrazina, se diluye a 1 l y se homogeneiza (Nota 2).

5.1.7 Solución de sulfito de sodio (100 g/l)

5.1.8 Acido bromídrico (1:4)

5.1.9 Acido perclórico (1:5)

5.1.10 Acido sulfúrico (3:37)

5.1.11 Se preparan las siguientes soluciones estándar de fósforo como sigue:

5.1.11.1 Solución patrón de fósforo "A" (1 ml = 1,0 mg P).

Se pesan 2,2920 g de fósforo ácido disódico anhidrido (Previamente secado a 105 °C hasta peso constante), se disuelve en 100 ml aproximadamente de agua, luego se transfiere a un balón aforado de 500 ml, se enrasa al volumen y se homogeneiza.

5.1.11.2 Solución patrón de fósforo "B" (1 ml = 0,01 mg P)

Se transfiere con la pipeta 10 ml de la solución "A" a un balón aforado de 1 l, luego se añaden 50 ml de ácido perclórico (1:5), se enrasa al volumen y se homogeniza.

5.1.11.3 Solución patrón de fósforo "c" (1 ml = 0,10 mg P).

Se transfiere con la pipeta 50 ml de la solución "A" a un balón aforado de 500 ml y luego se procede igual a lo indicado en el punto 5.1.11.2.

5.1.11.4 Los reactivos se deben manejar de acuerdo a lo indicado en la Norma Venezolana COVENIN 2670.

5.2 MATERIALES

5.2.1 Matraz aforado de 100 ml, 250 ml, 500 ml y 1 l.

5.2.2 Pipeta volumétrica de 10 ml y 50 ml

5.2.3 Vasos de precipitado

5.2.4 Balón aforado

6 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra a ensayar consiste en una porción de material ferroso, obtenida tal como se indica en la Norma Venezolana COVENIN 834.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Se lava la muestra con éter etílico u otro solvente orgánico para eliminar la materia orgánica superficial. (Ejemplo: grasa o aceite).

7.2 Se pesan $1 \text{ g} \pm 0,1 \text{ mg}$ de la muestra y se transfiere a un matraz de 250 ml.

7.3 Se añaden 15 ml de una mezcla formada por un volumen de ácido nítrico y tres volúmenes de ácido clorhídrico, lentamente y en pequeñas porciones.

7.4 Cuando termine la reacción, se añade 10 ml de ácido perclórico y se evapora hasta la aparición de humos blancos.

7.5 Se retira inmediatamente el matraz de la fuente de calentamiento, para evitar excesivas pérdidas de ácido perclórico, luego se enfría y se añade 20 ml de ácido bromídrico (1:4).

7.6 Se evapora la solución hasta tener abundante humo blanco, seguidamente se evapora lo suficiente para causar que el humo blanco limpie el cuello del matraz. Se continúa a esta velocidad por un minuto.

7.7 Se enfría la solución, luego se añaden 60 ml de ácido perclórico (1:5) y se agita para disolver las sales.

7.8 Se enfría, se transfiere a un matraz aforado de 100 ml y se enrasa. Se deja sedimentar la materia insoluble o se filtra en un papel de filtro seco.

7.9 Se transfieren, mediante pipetas, dos muestras de 10 ml a frascos volumétricos de 100 ml las cuales se tratan como sigue:

7.9.1 A la primera muestra, preparada según el rango de concentración de la muestra, se le adiciona 15 ml de la solución de sulfato de sodio. Se hierve por 30 segundos y se añaden 50 ml de la solución de heptamolibdato de amonio. Sulfato de hidracina (Ver el punto 5.1.6), se calienta la solución a una temperatura no menor de 90 °C durante 20 minutos, se enfría rápidamente y se diluye en balones aforados de 100 ml (Notas 4 y 5).

7.9.2 A la segunda muestra se le agregan 15 ml de solución de sulfato de sodio (100 g/l) y luego se hierve por 30 segundos, se añaden 50 ml de ácido sulfúrico (3:37), se enfría y se enrasa al volumen. Se usa esta solución como referencia para la muestra.

7.10 Se toman las lecturas en el fotocolorímetro para la muestra indicada en el punto 7.9.1 y para la muestra en blanco indicada en el punto 7.9.2 (Notas 6 y 7).

NOTAS:

1- El heptamolibdato de amonio debe estar libre de fosfato. La solución de ácido sulfúrico debe estar fría.

2- No utilice esta solución si tiene más de un día de haber sido preparada.

3- Para un completo desarrollo del color es preferible sumergir las soluciones en un baño de agua hirviendo.

4- El complejo azul de molibdeno es estable por un período de dos horas.

5- El rango de concentración recomendado es de 0,005 mg a 0,05 mg de fósforo por cada 100 ml de solución cuando se mide a 825 μ m y de 0,05 mg a 0,3 mg de fósforo cuando se mide a 650 μ m.

6- Ninguno de los elementos usualmente presentes interfieren excepto el arsénico, el cual es eliminado.

8 EXPRESION DE RESULTADOS

8.1 Se convierten las lecturas de la muestra de la solución problema tratada en el punto 7.9.1 y del blanco tratado en el punto 7.10, por medio de la curva de calibración preparada según lo indicado en el Anexo A.

8.2 El porcentaje de fósforo se calcula según la siguiente expresión:

$$\% P = \frac{A - B}{g \times 10}$$

Donde:

% P = Contenido de fósforo, expresado en %.

A = miligramos de fósforo encontrados en 100 ml de la solución problema final.

B = miligramos de fósforo encontrados en 100 ml del blanco final.

g = gramos de muestra representados en 100 ml de la solución problema final.

10 INFORME

El informe debe contener como mínimo lo siguiente:

10.1 Ensayado de acuerdo a lo indicado en la Norma Venezolana COVENIN 309.

10.2 Fecha de realización del ensayo y nombre de la persona que lo realizó.

10.3 Identificación de la muestra.

10.4 Resultados del ensayo.

10.5 Observaciones.

BIBLIOGRAFIA

ASTM E- 350-89a Standard Test Methods for Chemical Analysis of Carbon Steel Low-Alloy Steel, Silicon Electrical Steel, Ingot Iron, and Wrought Iron. American Society for Testing and Materials, 1989. Annual Book of ASTM Standards. Volume 03.05. Edited by ASTM - Easton, Md. USA.

B

nde

Contenido de fósforo, expresado en %

militares de fósforo encontrados en 100 ml de la solución problema (1ml)

militares de fósforo encontrados en 100 ml del blanco (1ml)

ramos de muestra representados en 100 ml de la solución problema (1ml)

10 RESULTADOS

Informe debe contener como mínimo lo siguiente

Ensayo de acuerdo a lo indicado en la Norma Venezolana GOVERNIN

Fecha de realización del ensayo y nombre de la persona que lo realizó

Identificación de la muestra

Resultados del ensayo

Observaciones

ANEXO A

PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

Para la conversión de la lectura fotocolorimétrica de la solución a mg de fósforo se debe hacer una curva de calibración, la cual se elabora según el siguiente procedimiento:

A.1 Para el rango de concentraciones de fósforo comprendidas entre 0,005 y 0,05 mg/100 ml: Se transfieren usando pipetas, volúmenes de 5, 10, 15, 20, 25 y 50 ml de solución "B" a un balón aforado de 100 ml. Luego se añaden 20 ml de ácido perclórico, se diluye a volumen y se homogeneiza.

A.2 Para el rango de concentraciones de fósforo comprendidas entre 0,05 mg/100 ml y 0,30 mg/100 ml: Se transfiere, usando pipetas, volúmenes de 5, 10, 15, 20, 25 y 30 ml de solución "C". Luego se procede como en A.1.

A.3 Se prepara un blanco transfiriendo 12 ml de ácido perclórico a un balón aforado de 100 ml.

A.4 Desarrollo del color

Se toman muestras de 10 ml de cada una de las soluciones preparadas según A.1 y A.2 (dependiendo del rango de concentración de la muestra), y luego se procede como en 7.9.1.

A.5 Se transfieren cantidades apropiadas de las soluciones de calibración a las celdas y se efectúan las lecturas en el colorímetro a la longitud de onda apropiada según el rango de concentración. Luego se hace un gráfico con estas lecturas contra los mg de fósforo por cada 100 ml de solución (Ver nota 5).

**COVENIN
309-90**

**CATEGORIA
C**

**COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO**

**Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12
CARACAS**

publicación de:



CDU : 669.14 : 620.17

ISBN 980 - 06 - 0679 - 3

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS .
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
