

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
310-91**

**ACEROS AL CARBONO.
DETERMINACION CUANTITATIVA
DEL AZUFRE.
METODO DE COMBUSTION
DIRECTA**

(1^{ra.} REVISION)



PROLOGO

La presente norma constituye una revisión de la Norma Venezolana COVENIN 310-80 "Método de combustión directa para la determinación cuantitativa del azufre en aceros al carbono", la cual fue ratificada en todo su ámbito técnico.

TRAMITE

COMITE TECNICO CT7 : MATERIALES FERROSOS

PRESIDENTE : DR. CESAR MENDOZA

VICEPRESIDENTE : ING. JOHN SUBERO

SECRETARIO : ING. INES CONDE

SUBCOMITE TECNICO CT7/SC2 : METODOS DE ENSAYO

COORDINADOR : ING. ESTRELLA MELENDEZ

PARTICIPANTES

ENTIDAD

FUNINDES - U.S.B
INVESTI
I.U.T - R.C

SIDETUR - Antimano
ACERVEN - C.N.V

REPRESENTANTE

Germán Crespo
Ezequiel Díaz
Viana Charles
Jesús Crespo
Rodolfo Rondón
Rafael Molina

FECHA DE CONFIRMACION POR EL SUBCOMITE : 05-12-90

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN : 07-08-91

NORMA VENEZOLANA
ACEROS AL CARBONO.
DETERMINACION CUANTITATIVA
DEL AZUFRE.
METODO DE COMBUSTION DIRECTA.

COVENIN
310-91

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

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

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece el método de combustión directa para la determinación cuantitativa del azufre en aceros al carbono.

3 RESUMEN DEL ENSAYO

Este método consiste en convertir el azufre del acero, en anhídrido sulfuroso, por combustión en corriente de oxígeno. Dicho gas es luego recogido en una solución acidulada de un ioduro alcalino y el azufre determinado por titulación con solución valorada de iodato de potasio, utilizando almidón como indicador.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

Se requieren los aparatos usuales de laboratorio químico, necesarios 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 la 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 "ascarite".

4.1.3.3 Un frasco lavador con ácido sulfúrico.

4.1.4 Un horno eléctrico de resistencias o de inducción capaz de elevar la temperatura de la muestra de 1 110°C a 1 500°C.

4.1.5 Un 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.

4.1.6 Un par termoelectrico construido generalmente de platino-rodio (10%)

protegido adecuadamente.

4.1.7 Un dispositivo de control y regulación de la temperatura.

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

4.1.9 Un equipo para absorción y titulación.

4.2 REACTIVOS

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

4.2.2 Solución de almidón

Se transfieren 9 g de almidón soluble a un pequeño vaso de precipitado, se añaden de 5 a 10 ml de agua y se mezcla hasta hacer una pasta suave. Se vierte la mezcla lentamente en 500 ml de agua hirviendo. Se enfría, se añaden 15 g de yoduro de potasio y se agita hasta que éste se disuelva completamente. Se diluye a 1 litro.

4.2.3 Solución normalizada de iodato de potasio (1 ml = 0,0001 g S)

Se disuelven 0,225 g de iodato de potasio en 900 ml de agua y se diluye a 1 litro.

4.2.4 Acido clorhídrico (3:97)

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

5 PREPARACION Y CONSERVACION DE LA MUESTRA

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

6 CONDICIONES DE ENSAYO

6.1 El ensayo se efectuará a temperatura ambiente.

6.2 Todos los crisoles, navecillas y tapas deben ser sometidos 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 1 200°C y 1 400°C, según el tipo de acero.

7.3 Se añaden al recipiente de absorción, de 65 a 70 ml de ácido clorhídrico (3:97) y 2 ml de la solución de almidón.

7.4 Se pasa una corriente de oxígeno a través del sistema y se agrega una pequeña cantidad de solución de iodato de potasio hasta que la intensidad del color azul sea aquella que se tomará como punto final de la valoración. Se lee en la bureta y se anota como lectura inicial. Se suspende el paso del oxígeno.

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 azufre y se anota este peso como "M".

7.7 Se transfiere cuantitativamente la muestra a una navicilla y se coloca sobre ella una cantidad de fundente (4.2.5) ligeramente inferior al peso de la muestra.

7.8 Se cubre la navicilla con su tapa protectora y se introduce en la zona de mayor calentamiento del tubo de combustión. Se cierra herméticamente.

7.9 Después de precalentar la muestra (2 a 3 min), se abre el paso de oxígeno con un flujo de aproximadamente 1 500 ml/min.

7.10 La solución problema según 7.4 es titulada continuamente con solución valorada de iodato de potasio tan pronto como la corriente del gas empieza a burbujear a través de la solución de absorción y el color empieza a palidecer. Esta titulación debe ser a tal velocidad como para mantener, hasta donde sea posible la intensidad inicial del color azul.

7.11 Cerca del final de los 10 minutos del período de combustión, el iodato de potasio es añadido cuidadosamente hasta que la intensidad del color azul sea la tomada inicialmente.

7.12 Se anota la lectura que da la bureta y se le resta la inicial. La diferencia dará los ml de iodato de potasio empleados en la titulación de la muestra. Se anota como " V_1 ".

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 lecturas consecutivas que no varíen entre sí más de 0,1 ml y se anota este valor como " V_0 ".

7.14 Se realiza un ensayo testigo siguiendo el mismo procedimiento descrito, usando una muestra patrón certificada, con el contenido de azufre conocido y similar al de la muestra.

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 El porcentaje de azufre contenido en la muestra se calcula de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\% S = \frac{(V_1 - V_0) \cdot T}{M} \cdot 100$$

donde:

% S = contenido de azufre en porcentaje

V_1 = volumen de solución valorada de iodato de potasio necesarios para titular la muestra, expresado en ml.

V_0 = volumen de solución valorada de iodato de potasio usados para la prueba en blanco, expresado en ml.

T = azufre equivalente de la solución valorada de iodato de potasio, expresado en gramos por ml.

M = peso de la muestra en gramos.

8.2 REPRODUCIBILIDAD

La tolerancia admisible de los resultados es de 0,0025%

9 INFORME

9.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN 310

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.

BIBLIOGRAFIA

ASTM E 350 Chemical analysis of carbon steel, low alloy steel, silicon electrical steel, ingot iron, and wrought iron American Society for Testing and Materials. Edited by ASTM. 1989. USA.

EXPOSICIÓN DE LOS RESULTADOS

El contenido de azufre en la muestra es de 0,0025%

El porcentaje de azufre en la muestra es de 0,0025%

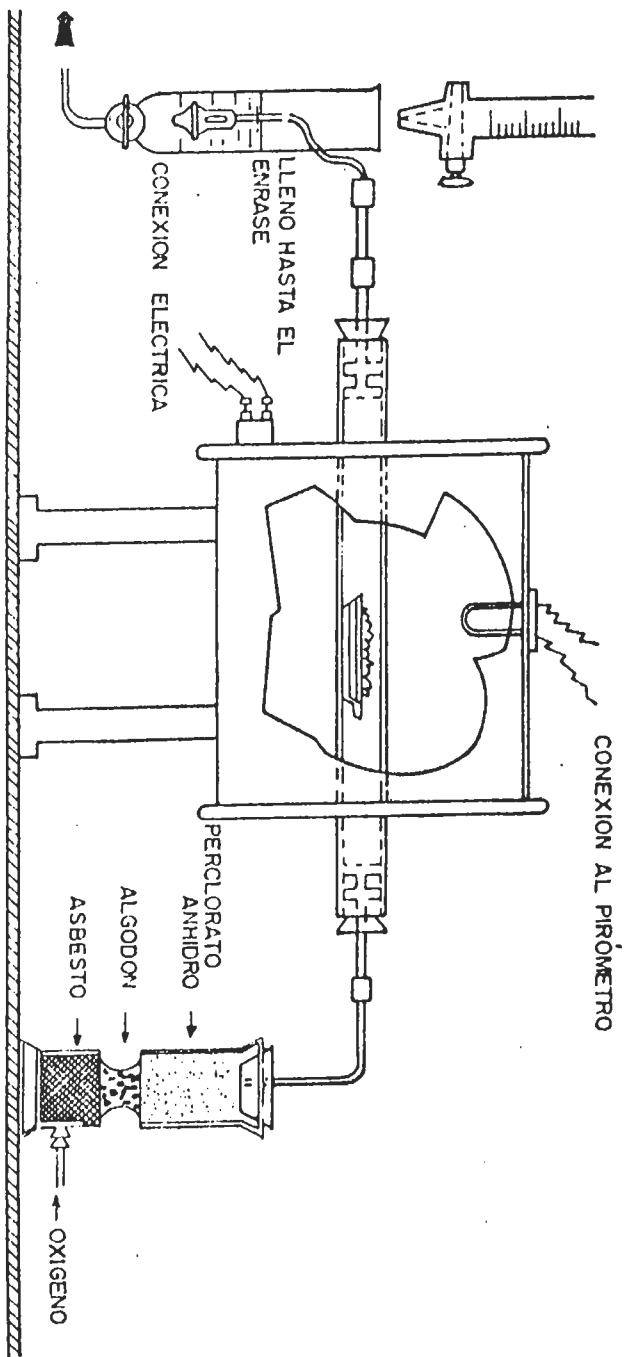


FIG. 1.

APARATO PARA LA DETERMINACION DEL AZUFRE

**COVENIN
310-91**

**CATEGORIA
B**

**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 980-06-0769-2

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