

CDU
669.14:620.17

COVENIN
817-80

MINISTERIO DE FOMENTO



**COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES**

NORMA VENEZOLANA

**METODO GASOMETRICO PARA LA
DETERMINACION CUANTITATIVA DE
CARBONO 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 GASOMETRICO PARA LA DETERMI
NACION CUANTITATIVA DEL CARBONO EN
ACEROS AL CARBONO

COVENIN
617-80

1 ALCANCE

Esta norma contempla el método gasométrico 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 DE ENSAYO

El método descrito en la presente norma consiste en medir el volumen de anhídrido carbónico producido por la fusión del acero en horno eléctrico y en corriente de oxígeno.

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 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 KOH 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 resistencia o inducción capaz de elevar la temperatura de la muestra de 1100° a 1500°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 termo-eléctrico construido generalmente de platino-rodio (10%), protegido adecuadamente.

4.1.7 Un dispositivo de control y regulación de la temperatura.

4.1.8 Una unidad catalítica para completar la combustión del carbono (Ver Nota 1).

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

4.1.10 Un dispositivo que contenga un agente de retención (bióxido de manganeso, permanganato de potasio) de los compuestos de azufre de los gases de combustión (Ver Nota 2).

4.1.11 Un sistema de refrigeración, medición y absorción del anhídrido carbónico.

4.1.12 Una bureta gasométrica capaz de permitir la apreciación hasta 0,005% de carbono así como también estará equipada con un termómetro destinado a medir la temperatura de la mezcla gaseosa.

El extremo inferior de la bureta se conecta a un frasco nivelador. La bureta y el frasco contienen la solución de cloruro de sodio.

4.1.13 Barómetro y termómetro para efectuar la corrección de la lectura barométrica.

4.2 REACTIVOS

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

- 4.2.2 Hidróxido de potasio (Ver nota 3).
- 4.2.3 "Ascarite" (hidróxido de sodio y asbesto).
- 4.2.4 Acido sulfúrico.
- 4.2.5 Solución de cloruro de sodio (10%), acidulado con ácido sulfúrico y coloreada con anaranjado de metilo u otro indicador de zona de viraje similar.
- 4.2.6 Solución de anaranjado de metilo u otro indicador de zona de viraje similar.
- 4.2.7 Láminas o granallas de estaño de 30 mallas, cobre electrolítico exento de materias orgánicas u óxido de cobre.
- 4.2.8 Permanganato de potasio, bióxido de manganeso.

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 bióxido de manganeso cuando empieza a cambiar de color.

NOTA 3

Esta solución debe ser cambiada cada 2500 determinaciones aproximadamente.

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consistirá 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 deben ser sometidos a una temperatura de aproximadamente 900°C durante 60 minutos antes de usarse.

7 PROCEDIMIENTO

- 7.1 Se ajusta al cero el aparato.
- 7.2 Se comprueba que en el sistema no haya pérdida de gases.
- 7.3 Se conecta el horno eléctrico hasta obtener una temperatura constante entre 1100° y 1250°C, según el tipo de acero.
- 7.4 Se conecta la bureta con el exterior por medio de la llave múltiple.
- 7.5 Se sube el frasco nivelador a su nivel superior, expulsando totalmente los gases contenidos en la bureta.
- 7.6 Se lava la muestra con éter etílico o el solvente orgánico elegido para eliminar la materia orgánica superficial (grasa, aceite, etc).
- 7.7 Se pesan al 0,1 mg aproximadamente de 0,5 a 2 g de muestra según la capacidad de la bureta y el tipo de acero y se anota este peso como "M".
- 7.8 Se transfiere cuantitativamente la muestra a la navecilla o crisol y se coloca sobre ella una cantidad de fundente (4.2.7) ligeramente inferior a la misma.
- 7.9 Se cubre la navecilla o crisol con su tapa protectora y se introduce en la zona de mayor calentamiento del tubo de combustión, se tapa, conectándolo con la salida de oxígeno del tren de purificación.

7.10 Se conecta la bureta con el tubo de combustión y se baja el frasco nivelador a su nivel inferior.

7.11 Después de precalentar la muestra (2 a 3 min), se abre el paso de oxígeno con un flujo de 800 a 1000 ml/min.

7.12 Se suspende el paso de oxígeno en el momento que el nivel de la solución haya recorrido las dos terceras partes del sector graduado de la bureta.

7.13 Se quita el tapón que conecta el tubo de combustión con el tren de purificación de oxígeno, con el objeto de que se nivele a cero la solución de la bureta; una vez logrado ésto se comunica la bureta con el tubo de absorción y se toma la temperatura de los gases anotándola como " t_1 ".

7.14 Se sube el frasco nivelador hasta pasar totalmente los gases al bulbo de absorción y se hacen regresar completamente los gases a la bureta.

Se repite esta operación una vez más.

7.15 Se aísla la bureta mediante la llave múltiple.

7.16 Se nivela la solución mediante el nivelador y se efectúa la lectura correspondiente, se anota esta valor como " L_1 ".

7.17 Se anota la presión barométrica corregida como " P_1 ".

7.18 Se efectúa una prueba 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 valores consecutivos iguales, se anota esta valor como " L_2 ".

7.19 Se realiza un ensayo testigo siguiendo el mismo procedimiento, usando una muestra patrón certificada, con un contenido de carbono conocido y similar al de la muestra. Con esto 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 obtiene aplicando las siguientes ecuaciones según el caso:

8.1.1 Bureta graduada en por cientos de carbono

$$\% C = \frac{L_1 - L_2}{M} \cdot b$$

donde:

% C = contenido de carbono, expresado en porcentaje

L_1 = lectura en la determinación de carbono de la muestra

L_2 = lectura en la prueba en blanco

M = peso de la muestra en gramos

b = factor de corrección en las condiciones de temperatura y presión actuales:

$$b = \frac{P_1 - P}{P_0} \cdot T_0/T_1$$

siendo:

P_1 = presión barométrica corregida, en mm Hg

P = tensión del vapor de agua a la temperatura de los gases

P_0 = presión a la cual se calibró la bureta

T_1 = temperatura de los gases, expresada en grados Kelvin

T_0 = temperatura a la cual se calibró la bureta; expresada en grados Kelvin.

8.1.2 Bureta que mide el volumen de anhídrido carbónico en milímetros.

$$\% C = 27,29 \cdot d \cdot \frac{L_1 - L_2}{M}$$

donde:

%C = contenido de carbono, en por ciento en peso

L_1 = lectura en la determinación de carbono de la muestra

L_2 = lectura en la prueba en blanco

M = peso de la muestra, en gramos

d = densidad del anhídrido carbónico en las condiciones de la temperatura y presión actuales.

$$d = 0,00071 \frac{P_1 - P}{T_1}$$

siendo:

P_1 = presión barométrica corregida, en mm Kg

P = tensión del vapor de agua a la temperatura de los gases

T_1 = temperatura de los gases expresado en grados Kelvin.

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%	± 0,01 %
0,76 a 2%	± 0,02 %

9 INFORME

9.1 Ensayo realizado según la 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-20 (Método gasométrico de determinación de carbono por com
bustión directa).

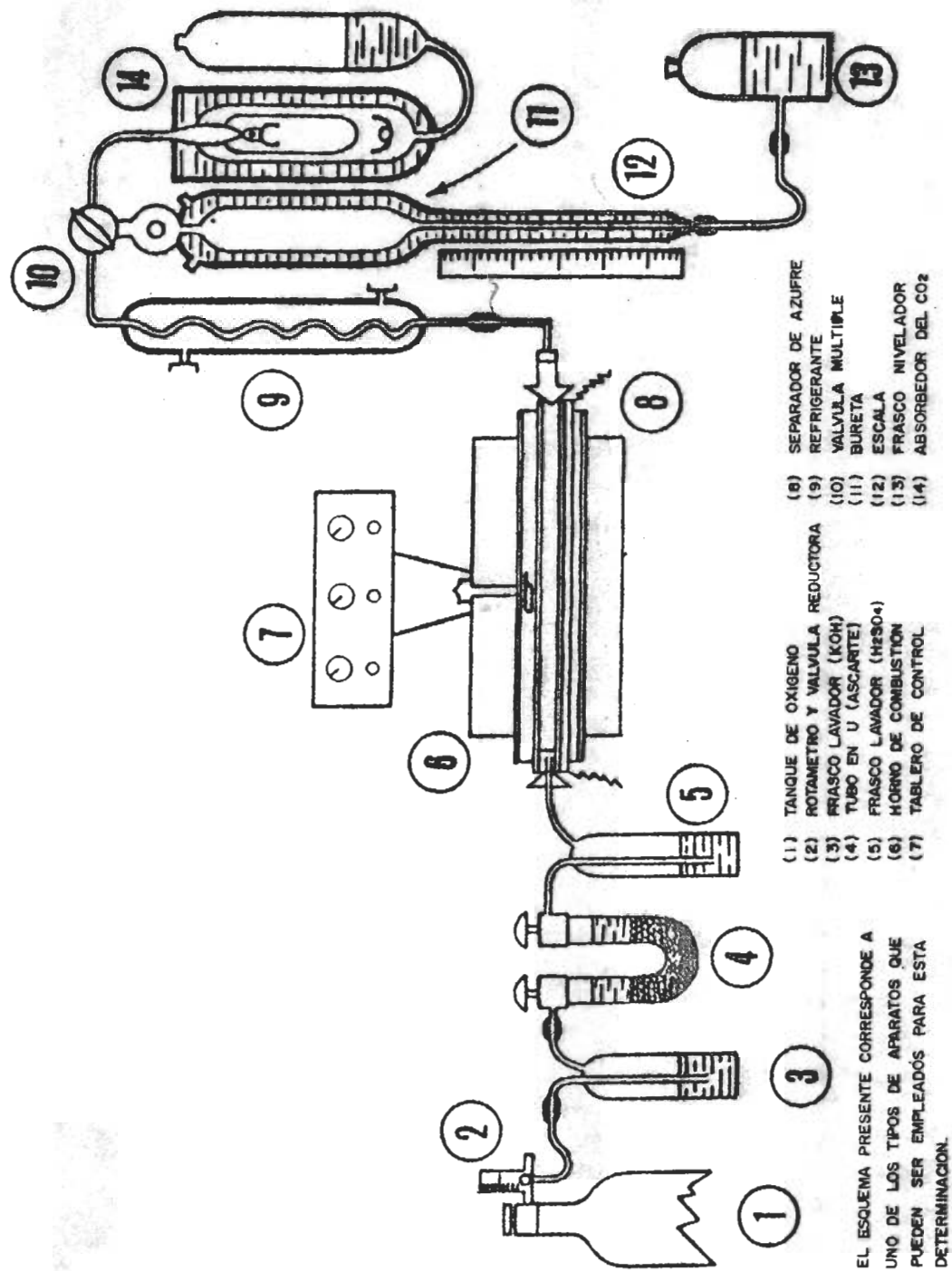


FIG. 1.
 APARATOS USADOS EN LA DETERMINACION VOLUMETRICA
 DEL CARBONO

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