

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
835-75**

**MATERIALES FERROSOS.
METODO DE OXIDACION CON
PERSULFATO PARA LA
DETERMINACION CUANTITATIVA
DE CROMO**



TRAMITE

SUB-COMITE CT7/SC8 : METODOS DE ENSAYOS QUIMICOS

INTEGRANTES DE LAS REUNIONES

COORDINADORES POR COVENIN

Dr. Paul Maxwell
Ing. Julia Montilla de Dominguez
Ast. Nelson Dominguez

ENTIDAD

REPRESENTANTE

SIVENSA

Horacio Méndez

SERVIMET

José Figuera

INVESTI

Ezequiel Díaz

SIDOR

José Arnafz
Aris Monteverde

DISCUSION PUBLICA:

Fecha de Envío: 5-3-75

Duración: 45 días

APROBACION POR EL COMITE

Fecha de Aprobación: 25-5-75

APROBACION POR LA COVENIN

Fecha de Aprobación : 8- 7- 75

I N D I C E

FRAMITE

		Pág. -	
1	ALCANCE.....	1	
2	NORMAS COVENIN A CONSULTAR.....	1	
3	PRINCIPIO DE ENSAYO.....	1	
4	EQUIPO DE ENSAYO.....	2	
5	MATERIAL A ENSAYAR.....	4	
6	PROCEDIMIENTO.....	5	
7	EXPRESION DE LOS RESULTADOS.....	7	
8	RELACION CON OTRAS NORMAS.....	7	
9	NOTAS.....	7	

SUB-COMITE : METODOS DE ENSAYOS QUIMICOS
 INTEGRANTES DE LAS REUNIONES
 COORDINADORES POR COVENIN
 Dr. Paul Maxwell
 Ast. Nelson Dominguez
 REPRESENTANTE
 Horacio Méndez
 José Figueroa
 Ezequiel Díaz
 José Ariza
 Aris Monteverde

ENTIDAD
 SIVENSIA
 SERVICIOS
 INVESTI
 SIDA

DISCUSION PUBLICA:

Fecha de Envío: 5-3-75

Duración: 45 días

APROBACION POR EL COMITE

Fecha de Aprobación: 25-5-75

APROBACION POR LA COVENIN

Fecha de Aprobación: 8-7-75

NORMA VENEZOLANA

MATERIALES FERROSOS
METODO DE OXIDACION CON
PERSULFATO PARA LA DETERMI-
NACION CUANTITATIVA DE CRO-
MO.

COVENIN
835 -75

1 ALCANCE

Esta norma contempla el método de oxidación con persulfato de Amonio para la **determinación cuantitativa** del Cromo en aquellos aceros cuyos contenidos de este no sean mayores que un 5%.

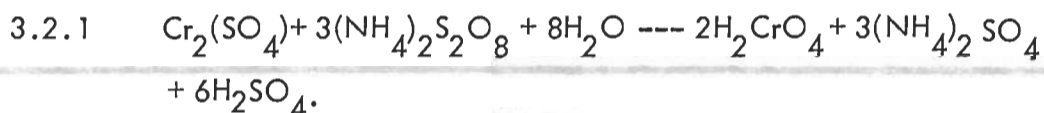
2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

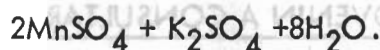
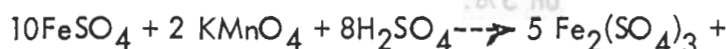
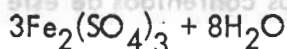
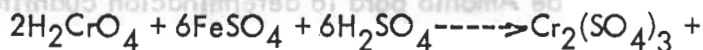
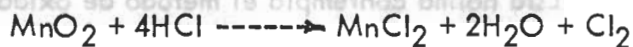
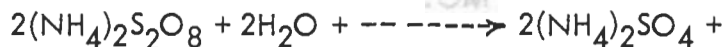
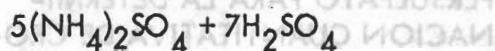
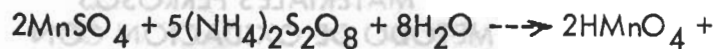
Norma Venezolana **COVENIN 834: METODO DE OBTENCION DE MUESTRAS DE MATERIALES FERROSOS PARA LA DETERMINACION DE SU COMPOSICION QUIMICA.**

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

3.1 El método descrito en la presente norma se basa en un proceso de óxido - reducción, en donde en principio el cromo, una vez disuelto en una mezcla ácida, es oxidado con persulfato de amonio, reducido con sulfato ferroso y de nuevo oxidado en la titulación con permanganato de potasio.

3.2 REACCIONES





4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS.-

4.1.1 Vasos de precipitado

4.1.2 Papel de filtro

4.1.3 Embudos de filtración

4.1.4 Bureta para titulación

4.1.5 Crisol de Gooch

4.2 REACTIVOS.-

4.2.1 Acido clorhídrico al (1:3) (HCL)

4.2.2 Se prepara una mezcla de ácidos sulfúricos y fósforico

(H₂SO₄ - H₃PO₄) añadiendose lentamente, mientras se agita, 320 ml de H₂SO₄ (1:1) a 600 ml de agua, añadiendose a continuación 80 ml de H₃PO₄.

4.2.3 Solución de Nitrato de Plata (AgNO₃) (10g/l).

4.2.4 Solución de Persulfato de amonio (NH₄)₂S₂O₈ (150 g/l)

4.2.5 Solución estandar de Sulfato Ferroso-Amónico (Fe(NH₄)₂(SO₄)₂.6H₂O), 0,08N. Se disuelve 39,2 g de sulfato ferroso amónico en 500 ml de ácido sulfúrico frío (5:95) y se diluye hasta 1:1 con el mismo ácido. Preferiblemente se saturara con dióxido de carbono a fin de disminuir la velocidad de oxidación del ion Ferroso.

4.2.6 Se obtiene una relación entre la solución de sulfato ferroso-amónico y la de permanganato, tomándose 25 ml de la solución de sulfato ferroso-amónico diluyendola con 250 ml de ácido sulfúrico frío (5:95) añadiendose 2 ml de ácido fosfórico y titulándola con la solución de permanganato hasta que se obtenga un debil color rosado.

4.2.6.1 Se efectúa un "blanco" usandose los mismos volúmenes de agua y ácido, se resta del valor original y se calcula el volumen de permanganato que es equivalente a 1 ml de la solución de sulfato ferroso amónico.

4.2.7 Solución patrón de permanganato de potasio 0,06N. Se disuelven 332g de permanganato en un litro de agua. Se deja en reposo y en la oscuridad por un mínimo de dos semanas.

Se filtra sin lavar usando un crisol de Gooch o un crisol con placa filtrante. (1)

4.2.7.1 Se estandariza la solución patrón secando una pequeña cantidad de oxalato de sodio y tomándose de esta 0,3 gr los cuales se transfieren a un vaso de precipitados de 600 ml de capacidad. Se añaden 250 ml de ácido sulfúrico (5:5) que hayan sido previamente hervidos por espacio de 10 a 15 minutos y luego enfriados a temperatura ambiente. Esta solución se titula con la solución de permanganato. (2)

4.2.7.2 Se efectúa un "blanco" titulado 250 ml de ácido sulfúrico (5:95) tratándose en la misma forma, hasta obtener un leve color rosa.

5 MATERIAL A ENSAYAR

5.1 El material a ensayar consistirá en una muestra de virutas o torneaduras extraídas según la Norma Venezolana COVENIN 834.

(1) Ver nota 1
(2) Ver nota 2

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1 Para aceros con contenido de cromo entre 0,2 y 2%, se pesan 2 g de esta y se transfieren a un vaso de 600 ml. Se añaden 60 ml de la mezcla ácida y se calienta hasta que la acción cese añadiéndose luego, cuidadosamente, 10 ml de ácido nítrico (50%) y se hierve hasta disolver todos los carburos y que no presenten humos marrones.
- 6.2 Para aceros que contengan entre 2 y 5% de cromo, se disuelve 1 g de la muestra, se evapora hasta separar las sales, se diluye con agua caliente y con 5 a 10 ml de ácido nítrico - concentrado y nuevamente se evapora hasta separar las sales.
- 6.3 Si aún hay carburos presentes, se filtra, se lava el papel con agua caliente, se quema y se disgrega el residuo con carbonato de sodio y se disuelve con ácido clorhídrico añadiendo la solución del fundido a la solución principal.
- 6.4 Luego que la muestra ha sido completamente disuelta, se diluye con 300 ml de agua caliente, 5 ml de solución de nitrato de plata y 20 ml de solución de persulfato de amonio.
- 6.5 Se hierve la solución por espacio de 8 a 10 minutos. Si el calor del ácido permangánico no se desarrolla se añade más solución de nitrato de plata y se hierve nuevamente por 5 minu

tos. (3)

6.6 Se añaden 5 ml de HCl al 25% y se continúa la ebullición por 5 minutos luego que el color rosado haya desaparecido.

6.7 Se enfría la solución, se diluye hasta 400 ml y se añade un volumen medido de las soluciones de sulfato ferroso (25 ml para 1,5-3% y así sucesivamente)

6.8 Se agita y se titula con la solución de permanganato hasta que se obtenga un leve color rosado que persista por 1 minuto agitando continuamente. (4)

6.9 Se debe corregir la titulación por efecto de dilución y de interferencia de color. La corrección se puede hacer:

6.9.1 Empíricamente, ignorándose el efecto de dilución, y el volumen de permanganato que se utiliza para provocar la aparición del color verde se toma como equivalente a 0,6% del cromo presente. La corrección es usualmente aplicada al equivalente de cromo de la solución.

6.9.2 Titulándose el mismo volumen de solución 0,08N de sulfato ferroso, en una solución del mismo volumen y acidez, que contenga las mismas cantidades de los elementos colorantes

(3) Ver nota 3

(4) Ver nota 4

en su valencia final.

6.9.3 Titulándose por segunda vez la solución final. (5)

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El porcentaje de cromo se calcula como sigue:

$$\% Cr = \frac{AB - (C-D) E \times 0,01734}{F} \times 100$$

En donde:

A = ml de solución de sulfato ferroso amónico añadidos.

B = ml de solución de permanganato equivalente a 1 ml de solución de sulfato ferroso amónico.

C = ml de solución de permanganato requeridos para la titulación.

D = ml de solución de permanganato requeridos para la corrección del punto final.

E = Normalidad de la solución de permanganato.

8 RELACION CON OTRAS NORMAS

8.1 ASTM E - 350-70 (American Society for Testing and Materials)

9 NOTAS

9.1 Nota 1.

Referente a la estabilidad de la solución patrón de permanganato de potasio.

9.1.1 Se recomienda que la solución de permanganato no entre en contacto con gomas o cualquier otro tipo de sustancias orgánicas.

9.1.2 Se recomienda almacenar dicha solución en frascos color ámbar.

9.2 Nota 2.

Referente a la relación oxalato de sodio-permanganato de potasio.

9.2.1 0,3 gr de oxalato de sodio requieren 44,77 ml de permanganato 0,1N.

9.3 Nota 3.

Referente a la ebullición del ácido permangánico.

9.3.1 Si el color del ácido permangánico permanece sin destruirse luego de la ebullición de 10 minutos o si aparece un precipitado de dióxido de manganeso, se añaden 2 a 3 ml de ácido clorhídrico (1:3) y se hierve como antes, pudiéndose llegar a un período total de media hora.

9.4 Nota 4.

Referente al color final de la titulación.

9.4.1 En ausencia de vanadio, el primer color rosado débil será permanente, pero si está presente dicho elemento, el color

se debilitará.

9.5 Nota 5.

Referente a la corrección de la titulación.

9.5.1 Se recomienda el último método como el más conveniente.

COVENIN
835-75

CATEGORIA
C

COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Tel. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12
CARACAS

publicación de:



CDU 669.543

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