

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
836-75**

**MATERIALES FERROSOS.
METODO DEL ACIDO PERCLORICO
PARA LA DETERMINACION
CUANTITATIVA DEL SILICIO.**



INDICE

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

DISCUSION PUBLICA:
Fecha de Envío: 3-1-75

Duración: 45 días

APROBACION POR EL COMITÉ
Fecha de Aprobación: 25-5-75

APROBACION POR LA COVENIN
Fecha de Aprobación: 8-07-75

MATERIALES FERROSOS
METODO DEL ACIDO PERCLORICO PARA
LA DETERMINACION CUANTITATIVA DEL
SILICIO

1 ALCANCE

Esta norma contempla el método del ácido perclórico para la determinación cuantitativa del silicio en aceros al carbono de baja aleación y en aquellos materiales ferrosos cuyo contenido del mismo se encuentre comprendido entre 0,05 y 5%.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Norma Venezolana COVENIN 834: Método de Obtención de muestras de materiales ferrosos para la determinación de su composición química.

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

El método descrito en la presente norma se basa en la transformación del silicio, presente en la muestra bajo la forma de siliciuro (Fe_2Si), en ácido silícico, para su posterior deshidratación y transformación en dióxido de silicio (SiO_2)

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

4.1.1 Balanza de Precisión

4.1.1.1 Esta balanza será la de uso común en el laboratorio y deberá tener una precisión de $\pm 0,01$ mg.

4.1.2 Vaso de precipitados

4.1.3 Varilla de vidrio

4.1.4 Vidrio de reloj

4.1.5 Papel de filtro cuantitativo

4.1.6 Embudos de filtración

4.1.7 Crisol de platino

4.1.8 Desecador

4.2 REACTIVOS.-

4.2.1 Acido nítrico diluido (3:5) HNO_3

4.2.2 Acido perclórico (HClO_4) (1)

4.2.3 Acido clorhídrico diluido (5:95) HCl

4.2.4 Acido fluorhídrico (HF) (1)

4.2.5 Acido sulfúrico diluido (1:1) H_2SO_4

5 MATERIAL A ENSAYAR

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

(1) Ver nota 1

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1 Se pesan aproximadamente 5,000 g de la muestra para aceros con menos de 0,5% de Si o 2,5000 g para aceros con más del 0,5% de Si.
- 6.2 Se colocan en un vaso de precipitados y se añaden 40 ml de ácido nítrico (3:5) y se cubre con un vidrio de reloj (2)
- 6.3 Se calienta cuidadosamente hasta que la disolución sea completa, se destapa y;
- 6.3.1 Se añaden 40 ml de ácido perclórico, si el peso de la muestra es de 2,5 gr.
- 6.3.2 Se añaden 60 ml de ácido perclórico, si el peso de la muestra es de 5 g.
- 6.4 Se coloca nuevamente el vidrio de reloj, se evapora hasta la aparición de humos blancos y se continúa calentando de forma tal que el ácido perclórico refluya por los lados del vaso durante 15 ó 20 minutos.
- 6.5 Se deja enfriar, se añaden 125 ml de agua caliente y se agita hasta la disolución de las sales. Los residuos de sílice se rompen con una varilla de vidrio.

(2) Ver nota 2

- 6.6 Se filtra cuantitativamente en un papel de filtro libre de cenizas, empleando para ello porciones de ácido clorhídrico (5:95) y se lava con agua destilada caliente hasta que el filtro no de más reacción de hierro. (3)
- 6.7 Se coloca el papel de filtro y su contenido en un crisol de platino, que previamente se ha llevado a peso constante, se seca y se calienta cuidadosamente hasta que el papel se haya incinerado.
- 6.8 Se cubre el crisol de platino y se quema a 1100°C durante 30 min.
- 6.9 Se enfría en un desecador y se pesa, anotando este peso como "W₁".
- 6.10 Se humedece el residuo del crisol con unas gotas de ácido sulfúrico (1:1) y se añaden 5 ml de ácido fluorhídrico.
- 6.11 Se evapora hasta la sequedad y luego se calienta gradualmente, hasta que ya no se produzcan humos blancos.
- 6.12 Se calcina a 1100°C hasta peso constante, se enfría en un desecador y se pesa, anotándose este peso como "W₂".
- 6.13 Se repite el proceso anterior usando las mismas cantidades de reactivos en ausencia de la muestra (Prueba en Blanco). Estos pesos se anotan como W₃ y W₄ respectivamente.

(3) Ver nota 3

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El porcentaje de silicio en la muestra se calcula así:

$$\%Si = \frac{46,745 (W_1 - W_2) - (W_3 - W_4)}{W}$$

donde:

W_1 = Peso del crisol de platino más sílice antes del tratamiento con ácido fluorhídrico, en gramos.

W_2 = Peso del crisol de platino después del tratamiento con ácido fluorhídrico, en gramos.

W_3 = Peso del crisol de platino en la Prueba en Blanco, antes del tratamiento con ácido fluorhídrico, en gramos.

W_4 = Peso del crisol de platino en la Prueba en Blanco después del tratamiento con ácido fluorhídrico, en gramos.

W = Peso de la muestra de acero, en gramos.

46,745 : Factor de conversión del dióxido de silicio multiplicado por 100.

8 RELACION CON OTRAS NORMAS

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

9 NOTAS

9.1 Nota 1

Referente al manejo de los ácidos fluorhídrico y perclórico

9.1.1 Al trabajar con estos ácidos se recomienda hacerlo bajo campana ya que la inhalación de sus gases es nociva.

9.1.2 Debe tenerse cuidado de que dichos ácidos no entren en contacto con sustancias orgánicas pues puede darse lugar a reacciones explosivas.

9.1.3 Debe cuidarse de que dichos ácidos permanezcan a temperatura ambiente cuando estén almacenadas en frascos cerrados.

9.2 Nota 2

Referente a los aceros de alto contenido de Si.

9.2.1 Para aceros de alto contenido de silicio, se disuelve la muestra en 40 ml de ácido clorhídrico al (1:1) y se oxida cuidadosamente con ácido nítrico.

9.3 Nota 3

Referente al lavado del papel de filtro

9.3.1 En los lavados de papel se debe eliminar totalmente el ácido perclórico, pues este tiende a causar precipitación y pérdida de material durante la calcinación.

COVENIN
836-75

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: 669.543

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