

CDU
669.14:620.17

COVENIN
838-80

MINISTERIO DE FOMENTO



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES

NORMA VENEZOLANA

METODO GRAVIMETRICO PARA LA
DETERMINACION CUANTITATIVA DEL
AZUFRE EN ACEROS AL CARBONO

CDU

669.14:620.17

COVENIN

838-80

NORMA VENEZOLANA
METODO GRAVIMETRICO PARA LA
DETERMINACION CUANTITATIVA DEL
AZUFRE 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

RENÉ 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 GRAVIMETRICO PARA
LA DETERMINACION CUANTITATIVA
DEL AZUFRE EN ACEROS AL CARBONO

COVENIN
838-80

1 ALCANCE

Esta Norma contempla el método gravimétrico para la determinación cuantitativa del azufre en aceros al carbono de baja aleación con contenidos de azufre que van desde 0,005 hasta 0,6% y con una composición química tal como se indica en la Tabla I.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 834-75. Métodos de obtención de muestras, para la determinación de su composición química.

3 RESUMEN DEL ENSAYO

El método descrito en la presente Norma consiste en oxidar el azufre presente en el acero como sulfuro, reducir el hierro con cinc y precipitar el azufre como sulfato de bario, calcinarlo y pesarlo como tal.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

Se requieren los aparatos usuales de laboratorio químico.

4.2 REACTIVOS

Todos los reactivos indicados a continuación son de grado analítico y el agua, a menos que se especifique lo contrario es destilada.

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

4.2.2 Solución de cloruro de bario al 10%.

4.2.3 Carbonato de sodio.

4.2.4 Acido clorhídrico.

4.2.5 Acido clorhídrico (1:99).

4.2.6 Acido clorhídrico (1:1).

4.2.7 Acido sulfúrico (1:1).

4.2.8 Acido fluorhídrico.

4.2.9 Acido nítrico.

4.2.10 Zinc de bajo contenido de azufre (20-30 mallas).

4.2.11 Pulpa de papel (papel de filtro remojado en agua).

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 PROCEDIMIENTO

6.1 Se lava la muestra con éter etílico o el solvente orgánico elegido para eliminar la materia orgánica superficial (grasa, aceite)

6.2 Se pesan al 0,1 mg aproximadamente 5 g de la muestra y se transfieren cuantitativamente a un vaso de precipitado de 600 ml y se añaden sobre ella lentamente y con cuidado, 75 ml de ácido nítrico y se tapa con un vidrio de reloj (Ver Nota 1).

6.3 Al estar completamente disuelta la muestra se añaden 0,5 g de carbonato sódico y se evapora cuidadosamente hasta llegar a 10 ml.

6.4 Se enfría y se añaden 30 ml de ácido clorhídrico y se evapora hasta sequedad. Se enfría nuevamente, se añaden 30 ml de ácido clorhídrico y se lleva hasta consistencia de jarabe.

6.5 Se añaden 10 ml de ácido clorhídrico gota a gota, 25 ml de agua, 5 g de cinc y se cubre con un vidrio de reloj. Se calienta en baño de maría hasta que todo el hierro se haya reducido al estado ferroso y la producción de hidrógeno haya cesado.

6.6 Se filtra usando un papel de poros cerrados para eliminar la sílice y el cinc no disueltos.

6.7 Se lava con 75 ml de ácido clorhídrico (1:99).

6.8 Se calienta el filtrado a 60 - 70°C con agitación constante y se añaden 20 ml de solución de cloruro de bario (Ver Nota 2).

6.9 Se digiere durante dos horas a 60 - 70°C y luego se deja de 8 a 20 horas a temperatura ambiente.

6.10 Se añade un poco de pulpa de papel y se filtra a través de un papel de poros cerrados. Se descarta el filtrado.

6.11 Se lava el precipitado una o dos veces con ácido clorhídrico (1:99) frío y con agua caliente hasta eliminar los cloruros. Se reservan el precipitado y el agua de lavado.

6.12 Se añaden 2 ml de la solución de cloruro de bario al agua de lavado y se evapora hasta que comience a secarse.

6.13 Se añaden de 1 a 2 ml de ácido clorhídrico (1:1) y 25 ml de agua caliente y pulpa de papel, luego se deja digerir a 60 - 70°C durante un mínimo de 12 horas.

6.14 Se filtra a través de un papel de filtro de poros cerrados que contenga pulpa de papel. Se lava con agua caliente hasta eliminar los cloruros.

6.15 Se colocan los papeles que contienen los precipitados en un crisol de platino previamente pesado y se queman en atmósfera oxidante, a tan baja temperatura como sea posible, (Ver nota 3).

6.16 Se añade una gota de ácido sulfúrico (1:1) y 1 ml de ácido fluorhídrico, se evapora a sequedad y se quema a 800 - 900°C, hasta obtener peso constante.

6.17 Se enfría en un desecador y se pesa como sulfato de bario. Se anota este resultado como peso "M1".

6.18 Se hace una determinación en blanco siguiendo el mismo procedimiento. Se anota este resultado como "M2".

NOTA 1

Si la disolución de la muestra es lenta o difícil, se puede añadir ácido clorhídrico gota a gota en intervalos; si es demasiado rápida, enfríe el ácido nítrico y añadalo a la muestra en pequeñas porciones.

NOTA 2

La solución no debe contener más del 2% en volumen de ácido clorhídrico, cuando se efectúe la precipitación con cloruro de bario. Generalmente no hay hidrólisis del hierro durante el filtrado y lavado de cinc no disuelto o durante la precipitación con cloruro de bario. Si esto sucede, la solución debe aclararse con ácido clorhídrico, teniendo siempre en cuenta la acidez de la solución.

NOTA 3

Se recomienda que la llama sea lo suficientemente baja como para no encender el papel ya que de dicha manera se perdería azufre. El papel deberá quemarse hasta eliminar todo el carbono.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El porcentaje de azufre contenido en la muestra se obtiene aplicando la siguiente ecuación:

$$\% S = \frac{(M1 - M2) \times 0,13735}{g} \times 100$$

donde:

W1 = peso del sulfato de bario en gramos

W2 = peso del sulfato de bario en la prueba en blanco en gramos

g = peso de la muestra en gramos

0,13735 = factor de conversión de sulfato de bario en azufre.

8 INFORME

8.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN N°

8.2 Fecha en la cual se realizó el ensayo.

8.3 Identificación de la muestra.

8.4 Resultados del ensayo.

8.5 Observaciones.

8.6 Nombre del analista.

9 RELACION CON OTRAS NORMAS

ASTM E 350-70 Chemical analysis of carbon steel, low - alloy steel, silicon electrical steel, ingot iron, and wrought iron.

TABLA I

LIMITES DE COMPOSICION QUIMICA PARA LOS ACEROS

<u>Elemento</u>		<u>Rango de Concentración (%)</u>		
Aluminio (Al)		0,001	-	1,50
Arsénico (As)		0,0005	-	0,10
Boro (B)		0,0005	-	0,002
Carbono (C)		0,001	-	1,80
Cromo (Cr)		0,005	-	3,99
Cobalto (Co)		0,01	-	0,30
Niobio (Nb)		0,002	-	0,05
Cobre (Cu)		0,005	-	1,50
Plomo (Pb)		0,001	-	0,50
Manganeso (Mn)		0,01	-	2,50
Molibdeno (Mo)		0,002	-	1,50
Níquel (Ni)		0,005	-	5,00
Nitrógeno (N)		0,0005	-	0,04
Fósforo (P)		0,001	-	0,25
Silicio (Si)		0,001	-	5,00
Estaño (Sn)		0,002	-	0,10
Titanio (Ti)		0,002	-	0,60
Tungsteno (W)		0,005	-	0,10
Vanadio (V)		0,005	-	0,50
Circonio (Zr)		0,005	-	0,15

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

