

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
901-75**

**MATERIALES FERROSOS.
METODO DE PRECIPITACION CON
DIMETIL-GLIOXIMA PARA LA
DETERMINACION DEL NIQUEL.**



TRAMITE

INDICE

Sub-Comité Técnico CT7/SC8: ENSAYOS QUIMICOS

INTEGRANTES DEL SUB-COMITE 1

COORDINADORES POR COVENIN

..... Dr. Paul Maxwell 3
Ing. Nelson Dominguez Silva
Ast. Josu M. Pérez

ENTIDAD REPRESENTANTES

INVESTI Ezequiel Dfaz

SERVIMET José R. Figuera

SIDOR Juan J. Arnáiz
Luis González
Orlando Avendaño
Antonio Céspedes
Aris Monteverde

SIVENSA Horacio Méndez

DISCUSION PUBLICA

Fecha de Envío: 3-6-75

Duración: 45 días

APROBACION POR EL COMITE

Fecha: 12-9-75

APROBACION POR LA COVENIN

Fecha: 9-12-75

I N D I C E

TRAMITE

Sub-Carva Técnica CT7\SC8: ENSAYOS QUIMICOS Pág. - 6

1	ALCANCE	1
2	NORMAS COVENIN A CONSULTAR ..	1
3	PRINCIPIOS DEL 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... ..	5
9	NOTAS.....	6 y 7

ENTIDAD
INVESTI
SERVIMET
SIDOR
Luis González
Antonio Céspedes
Aris Montverde
Horacio Méndez

DISCUSION PUBLICA

Fecha de Envío: 3-6-75
Duración: 45 días

APROBACION POR EL COMITE

Fecha: 12-9-75

APROBACION POR LA COVENIN

Fecha: 9-12-75

NORMA VENEZOLANA

COVENIN
901-75

MATERIALES FERROSOS
METODO DE PRECIPITACION CON
DIMETIL-GLIOXIMA PARA LA DE -
TERMINACION CUANTITATIVA DEL
NIQUEL

1 ALCANCE

1.1 Esta norma contempla el método de precipitación con Dimetil-Glioxima para la determinación cuantitativa del níquel.

1.2 Este método se aplicará en aquellas aleaciones ferrosas cuyo contenido de níquel no sea superior al 3,5%.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Norma Venezolana COVENIN N^o 834: Método de obtención de muestras de Materiales Ferrosos para la determinación de su composición química.

3 PRINCIPIOS DEL ENSAYO

3.1 El método consiste en oxidar el níquel usando para ello un ácido fuerte, y hacerlo precipitar con Dimetil-Glioxima en medio amoniacal.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS.

4.1.1 Crisol de Gooch o crisol de placa filfrante.

4.1.2 Embudo de separación con capacidad de 250 ml.

4.2 REACTIVOS.

4.2.1 Alcohol etílico o metílico.

4.2.2 Se prepara una solución de ácido tartárico (250 g/lit) disolviendo 250 gr del ácido en 600 ml de agua, se filtra, se le agregan 10 ml de ácido nítrico (1:1) y se diluye a 1 litro.

4.2.3 Se prepara una solución de ácido tartárico (20 g/lit), diluyendo a 1 litro 80 ml de la solución anterior.

4.2.4 Solución alcohólica de Dimetil-Glioxima (10 g/lit). Se prepara disolviendo 10 g de dicha sustancia en la menor cantidad posible de metanol o etanol, se diluye hasta 1 litro con alcohol y se filtra si es necesario. La solución debe mantenerse indefinidamente límpida.

4.2.5 Eter etílico (C₂H₅)₂O.

4.2.6 Solución de ácido nítrico (HNO₃) (1:1)

4.2.7 Solución de ácido clorhídrico (HCl) (1:1)

4.2.8 Solución de hidróxido de sodio (NaOH) (50 g/lit)

4.2.9 Hidróxido de amonio (NH₄OH)

4.2.10 Cloruro de amonio (NH₄Cl)

4.2.11 Sulfuro de carbono (CS₂)

4.2.12 Clorato de potasio (KClO₃)

5 MATERIAL A ENSAYAR

5.1 El material a ensayar consistirá en virutas o torneaduras obtenidas según la Norma COVENIN N° 834.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Para aceros, fundiciones, hierro forjado u otra aleación ferrosa cuyo contenido de níquel esté por debajo de 0,05% se procederá de la siguiente manera:

6.1.1 Se pesan 5 g de la muestra, con precisión de 0,1 mg, se transfieren a un vaso de precipitados de 400 ml, se le añaden 40 ml de ácido clorhídrico (1:1), se calienta hasta completar la disolución y se añaden cuidadosamente 5 ml de ácido nítrico (1:1). (1)

6.1.2 Se añaden 0.3 g de clorato de potasio u otro oxidante como HClO_4 y se hierve hasta descomposición. Se diluye a 100 ml y se añaden 3 g de ácido tartárico.

6.1.3 Se alcaliniza la solución anterior con NH_4OH y se filtra continuándose la determinación según 6.3.

6.2 Para aceros, fundiciones, hierro forjado y otra aleación ferrosa cuyo contenido de níquel se encuentre entre 0,05 y 3,5% se procederá de la siguiente manera:

6.2.1 Se pesa un gramo de la muestra (ver 9.3) y se transfiere a un vaso de precipitados de 400 ml, se añaden 60 ml de ácido clorhídrico (1:1) y se cubre (2).

6.2.2 Se calienta hasta descomposición completa y se añaden cuidadosamente 10 ml de ácido nítrico (1:1).

6.2.3 Se hierve hasta que el hierro y los carburos sean oxidados y se hayan eliminado los humos marrones. Se diluye a 200 ml con agua caliente.

(1) Ver nota 1

(2) Ver nota 2

6.2.4 Se añaden 20 ml de ácido tartárico (250 g/lit), se neutraliza con hidróxido de amonio añadiendo 1 ml en exceso.

6.2.5 Se filtra y se lava el papel y el residuo con agua caliente que contenga un poco de hidróxido de amonio y cloruro de amonio y se continúa la determinación según 6.3.

6.3 Se añade ácido clorhídrico hasta hacer la solución debilmente ácida, se calienta hasta aproximadamente 80 °C y se añaden 20 ml de solución de dimetil-glioxima.

6.4 Se añade hidróxido de amonio hasta alcalinizar ligeramente, se deja digerir durante 30 minutos a 60 °C y se deja enfriar. Si el porcentaje de níquel es pequeño (0,2%), o hay presentes mucho cobalto o cobre, se recomienda un período de digestión de una noche.

6.5 Se completa la determinación según el método gravimétrico por la precipitación del dimetilglioximato de níquel.

6.5.1 Se filtra la solución de 6.4 a través de un crisol de Gooch previamente llevado a peso constante (4).

6.5.2 Se lava cuidadosamente con agua fría, se añaden 5 ml de dimetil-glioxima y 0,5 ml de hidróxido de amonio al filtrado y a las aguas de lavados.

6.5.3 Se agita y se deja en reposo, para que se constate si la precipitación fue completa o no (5).

6.5.4 Se seca el precipitado a 150 °C hasta peso constante. Se enfría en un desecador.

(4) Ver nota 4

(5) Ver nota 5

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El porcentaje de níquel se calcula así:

$$\% \text{ Ni} = \frac{A \times 0,2032}{B} \times 100$$

donde:

A = peso en gramos de níquel-dimetilglioxima

B = peso en gramos de muestra usada

0,2032 = factor gravimétrico de conversión de níquel-dimetilglioxima a níquel.

8 RELACION CON OTRAS NORMAS

ASTM E-30-70 (American Society for Testing and Materials)

9 NOTAS

9.1 NOTA 1.

Referente a fundiciones y aceros con alto contenido de silicio.

9.1.1 Para fundiciones y aceros con alto contenido de silicio, se lleva la solución a sequedad y en el mismo recipiente se rompen los cristales, agregándoseles posteriormente 10 ml de ácido clorhídrico y se diluye con 75 ml de agua caliente. Se filtra, se lava el residuo con ácido clorhídrico (1:1) caliente y se evapora el filtrado hasta consistencia de jarabe.

9.2 NOTA 2.

Referente a las aleaciones ferrosas con contenidos de níquel por debajo del 1%.

9.2.1 Si la aleación contiene por debajo del 1% de níquel, podrán usarse 2 ó 3 gr de muestra si se varían proporcionalmente las cantidades de ácido tartárico añadidas.

9.3 NOTA 3.

Referente a las aleaciones ferrosas con contenidos de cromo por debajo del 0,5%.

9.3.1 Si el porcentaje de cromo está por debajo del 0,5%, la muestra podrá disolverse en 50 ml de ácido nítrico caliente (1:3).

9.4 NOTA 4.

Referente al crisol de placa filtrante.

9.4.1 Si se usa un crisol de placa filtrante, se recomienda filtrar hasta que se forme una delgada capa del precipitado antes de comenzar la succión.

9.5 NOTA 5

Referente a aquellas aleaciones ferrosas que contengan cantidades apreciables de cobalto (sobre 1%) o de cobre (sobre 4%).

9.5.1 Si existe una apreciable cantidad de cobalto (sobre 1%) o de cobre (sobre 4%), se recomienda añadir suficiente cantidad de dimetil-glioxima y que la precipitación del níquel se lleve a cabo como sigue:

9.5.1.1 Cuando el precipitado del punto 6.5.3 se haya lavado, se detiene la succión, se coloca el vaso original bajo el embudo y se añade una mezcla caliente de ácido clorhídrico (1:1) y 5 ml de ácido nítrico.

9.5.1.2 Luego de transcurrido un minuto, se aplica de nuevo la succión hasta sequedad y se repite el tratamiento con 25 ml de la mezcla ácida. Luego se drena, se lava cuidadosamente y se lava con 50 ml de la solución de ácido tartárico (20 g/lit).

9.5.1.3 A continuación se neutraliza la solución clara con hidróxido de amonio y se reprecipita el níquel con dimetil-glioxima y medio ligeramente amoniacal.

9.5.1.4 Luego se continúa según 6.5.4.

COVENIN
901-75

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 669.14:545.1.74

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
