
Norma Venezolana COVENIN



933-90

Materiales ferrosos. Determinación cuantitativa de plomo. Método gravimétrico del molibdato de plomo

(1^{ra.} Revisión)



CDU 669.14:545.1.815

ISBN 980-06-0594-0

QUALQUER TRADUÇÃO O REPRODUÇÃO PARCIAL O TOTAL DE LA PRESENTE NORMA DEBERÁ SER AUTORIZADA POR EL MINISTERIO DE FOMENTO.

PROLOGO

La presente norma constituye una revisión de la Norma Venezolana COVENIN 933-75 "Materiales ferrosos. Método gravimétrico del molibdato de plomo para la determinación cuantitativa del plomo", la cual fue ratificada en todo su ámbito técnico.

TRAMITE

COMITE TECNICO CT7: MATERIALES FERROSOS

FRESIDENTE: DR. CESAR MENDOZA

VICEPRESIDENTES: ING. JOHN SUEERO
ING. AMADOR HERNANDEZ

SECRETARIO: ING. INES CONDE

SUBCOMITE TECNICO CT7/SC2: METODOS DE ENSAYOS

COORDINADOR: ING. SANTA RIVERA

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

C.V.G. SIDERURGICA DEL ORINOCO S.A.
(SIDOR)

GUSTAVO RODRIGUEZ
ARMANDA PAPALE

SIDERURGICA DEL TURBIO S.A.
(SIDETUR)

RICARDO GATTI
RODOLFO RONDON

CASIMA

LIDA FERRER

FECHA DE CONFIRMACION POR EL SUBCOMITE: 14-02-90

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 18-04-90

FECHA DE APROBACION POR LA COMENIN: 03-10-90

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

- COVENIN 2670-89 Productos químicos peligrosos. Medidas de prevención, riesgos y control de accidentes.
- COVENIN 834-75 Materiales ferrosos. Métodos de obtención de muestras para la determinación de su composición química.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana contempla el método gravimétrico del molibdato de plomo para la determinación cuantitativa del plomo, cuando su concentración es mayor del 0,01%, en aleaciones ferrosas con un contenido de tungsteno y de estaño de 0,25% máximo.

3 RESUMEN DEL ENSAYO

El método descrito en la presente norma, consiste en precipitar el cloro como sulfuro, partiendo de una solución clorhídrica de la aleación ferrosa, redissolver con ácido nítrico y precipitar el plomo como molibdato.

4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

- 4.1 Campana de extracción.
- 4.2 Mufia.
- 4.3 Plancha calefactora.
- 4.4 Generador de gas de sulfuro de hidrógeno.
- 4.5 Mechero de gas.
- 4.6 Balanza analítica.
- 4.7 Crisol de porcelana o cuarzo.
- 4.8 Vaso de precipitado de 600 ml.
- 4.9 Vidrio de reloj.
- 4.10 Desecador.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 REACTIVOS

5.1.1 Los mismos deberán ser de pureza garantizada y sobre todo exento de plomo, los mismos son:

5.1.1.1 Solución de molibdato de amonio (50 g/l). Se disuelven 10 g de molibdato de amonio $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 200 ml de agua, calentando suavemente hasta que no se deposite más precipitado amarillo. Si la solución final no se aclara, se filtra (1 ml de solución precipita aproximadamente 0,0559 de Pb).

5.1.1.2 Solución sulfhídrica para lavados (H_2S disuelto en agua al 6%). Se pasa una corriente de sulfuro de hidrógeno por una solución de ácido clorhídrico HCl (1:99) hasta saturación.

5.1.1.3 Solución de ácido nítrico HNO_3 (1:1). Se añaden 400 ml de ácido nítrico concentrado a 400 ml de agua destilada.

5.1.1.4 Acido clorhídrico HCl (1:1); densidad 1,19 g/ml (al 37%).

5.1.1.5 Acido tartárico.

5.1.1.6 Solución de hidróxido de amonio NH_4OH (1:1).

5.1.1.7 Solución de nitrato de amonio (50 g/l).

5.1.1.8 Sulfuro ferrosos FeS (para generar el gas de sulfuro de hidrógeno).

5.1.1.9 Cloruro de amonio.

5.1.2 Estos reactivos se deben manejar de acuerdo a lo indicado en la Norma Venezolana COVENIN 2670.

5.2 MATERIALES

5.2.1 Papel de filtro de poros cerrados y de porosidad media.

5.2.2 Pulpa de papel de filtro.

6 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra a ensayar consiste en virutas obtenidas según lo indicado en la Norma Venezolana COVENIN 834.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Se transfieren de 5 g a 10 g de la muestra a un vaso de precipitado de 600 ml y se le añaden de 50 ml a 100 ml de ácido clorhídrico (1:1). Se cubre el vaso de precipitado con el vidrio de reloj y se calienta hasta la disolución completa de la muestra.

7.2 Se evapora la solución justo hasta sequedad de manera de expeler el ácido en exceso, cuidando mucho de no tostar el sólido, debido a que si ésto sucede, las sales serán insolubles en agua caliente (Nota 1).

7.3 Se añaden 400 ml de agua caliente y se calienta, agitando ocasionalmente, hasta que se hayan disuelto las sales de hierro.

7.4 Se añaden 10 g de cloruro de amonio, y se hace pasar una corriente rápida de sulfuro de hidrógeno por la solución durante un tiempo mínimo de diez minutos.

7.5 Se filtra la solución anterior a través de un papel de filtro de poros cerrados, se lava varias veces el papel de filtro y el precipitado con la solución sulfhídrica de lavado y se descarta el lavado.

7.6 Se pasan al vaso original el papel de filtro y el precipitado de sulfuro de plomo. Se añaden 20 ml de ácido nítrico (1:1) y se calientan suavemente hasta la disolución de los sulfuros.

7.7 Se agrega agua destilada hasta completar 50 ml y se filtra a través de un papel de filtro de porosidad media, se lava con agua caliente y se descartan el filtro y el precipitado. El volumen del filtrado no debe exceder los 100 ml (Nota 2).

7.8 Se calienta la solución filtrada hasta obtener un volumen de 30 ml, se añade 5 ml de ácido clorhídrico y se enfría.

7.9 Se añade 2 g de ácido tartárico, y cuando se haya disuelto se neutraliza con hidróxido de amonio (1:1). Se añade un exceso de 5 ml por cada 100 ml de solución.

7.10 Se calienta la solución amoniacal hasta ebullición y se añaden lentamente 10 ml de la solución de molibdato de amonio (50 g/l), se mantiene la ebullición por diez minutos hasta la coagulación de molibdato de plomo ($PbMoO_4$) y se deja sedimentar por unas cuatro horas.

7.11 Se filtra a través de un papel de filtro que contiene pulpa, y se lava el precipitado con la solución de nitrato de amonio (50 g/l).

7.12 Se colocan el papel de filtro y el precipitado en el crisol de porcelana o cuarzo, previamente llevado a masa constante; se calcina a una temperatura entre $600^{\circ}C$ y $650^{\circ}C$, se enfría en un desecador y se pesa como molibdato de plomo.

7.13 Se efectúa un ensayo en blanco usando los mismos equipos, procedimientos y cantidades de reactivos.

NOTAS:

- 1) En la eliminación del exceso de ácido es sumamente importante controlar el pH. El pH adecuado para la precipitación de PbS está entre 2,0 y 2,5. Por debajo de un pH de 1,8 el PbS no precipita cuantitativamente, y por encima de un pH de 3 precipita el hierro junto con el PbS.
- 2) Se debe asegurar que el PbS ha sido completamente disuelto y solo el azufre libre está retenido en el papel de filtro.

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 El porcentaje de plomo se calcula con la siguiente expresión:

$$Pb = \frac{(W_2 - W_3) \times 0,5644}{W_1} \times 100$$

Donde:

Pb = Plomo, expresado en %.

W_1 = Masa de la muestra empleada, expresada en g.

W_2 = Masa del molibdato de plomo, expresada en g.

W_3 = Masa del molibdato de plomo en la prueba en blanco, expresada en g.

8.2 La tolerancia admisible para esta determinación es de $\pm 0,01\%$ de Pb.

BIBLIOGRAFIA

- COFANT 361-1972 Aceros. Método Gravimétrico del Molibdato de Plomo para la Determinación de Plomo. Comisión Panamericana de Normas Técnicas. Editado por COFANT. Buenos Aires. 1972.
- ASTM E 30-85 Method for Chemical Analysis of Steel Cast Iron, Open Hearth Iron, and Wrought Iron. 1986. Annual Book of ASTM Standards. Part 3. Edited by ASTM. Easton, Md. USA.

NOTAS:

- 1) En la eliminación del exceso de ácido es sumamente importante controlar el pH. El pH adecuado para la precipitación de PbS está entre 2,0 y 2,2. Por debajo de un pH de 1,8 el PbS no precipita cuantitativamente, y por encima de un pH de 2 precipita el hierro junto con el PbS.
- 2) Se debe asegurar que el PbS no ha sido completamente disuelto y solo el sulfuro libre está retenido en el papel de filtro.

**COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO**

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Piso 11

CARACAS



publicación de:

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN



FONDONORMA