
Norma Venezolana COVENIN



947-90

Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN)

Materiales ferrosos. Determinación cuantitativa
de tungsteno. Método del ácido perclórico

(1^{ra.} Revisión)

CDU 622:543.062

ISBN 980-06-0595-9

PROLOGO

La presente norma constituye una revisión de la Norma Venezolana COVENIN 947-78 "MATERIALES FERROSOS. METODO DEL ACIDO PERCLORICO PARA LA DETERMINACION CUANTITATIVA DE TUNGSTENO", la cual fue ratificada en todo su ámbito técnico.

TRAMITE

COMITE TECNICO CT7: MATERIALES FERROSOS

PRESIDENTE: Dr. CESAR MENDOZA

VICEPRESIDENTES: Ing. JOHN SUBERO
Ing. AMADOR HERNANDEZ

SECRETARIO: Ing. INES CONDE

SUBCOMITE TECNICO CT7/SC2: METODOS DE ENSAYOS

COORDINADOR: Ing. SANTA RIVERA

PARTICIPANTES

ENTIDAD

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

SIDERURGICA DEL TURBIO (SIDETUR)

CASIMA

RREPRESENTANTE

GUSTAVO RODRIGUEZ

RICARDO GATTI

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 COVENIN: 03-10-90

NORMA VENEZOLANA
MATERIALES FERROSOS. DETERMINACION
CUANTITATIVA DE TUNGSTENO. METODO
DEL ACIDO PERCLORICO

COVENIN
947-90
(1ra. Revisión)

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

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

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece la determinación cuantitativa del tungsteno por el método del ácido perclórico en materiales ferrosos que no contengan niobio, tantalio o más de 0,100% de fósforo.

3 RESUMEN DEL ENSAYO

Este método de ensayo consiste en la separación del tungsteno de la muestra, como ácido tungstico, empleando para ello una mezcla ácida. Posteriormente se somete a deshidratación y se determina gravimétricamente como trióxido de tungsteno.

4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

- 4.1 Mufla
- 4.2 Plancha de calentamiento
- 4.3 Mechero
- 4.4 Campana de extracción de gases
- 4.5 Balanza analítica
- 4.6 Crisol de platino de 30 ml
- 4.7 Embudos
- 4.8 Pipetas
- 4.9 Cilindros graduados
- 4.10 Cápsulas de porcelana de 100 ml

- 4.11 Pissetas de 500 ml
- 4.12 Guantes para manejo de ácido
- 4.13 Lentes de seguridad
- 4.14 Pinzas para crisoles
- 4.15 Pinzas con punta de platino

5 REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 REACTIVOS

- 5.1.1 Eter etílico "grado técnico" u otro solvente orgánico apropiado
- 5.1.2 Acido clorhídrico (HCL) conc.
- 5.1.3 Acido nítrico (HNO₃) conc.
- 5.1.4 Acido perclórico (HClO₄) conc.
- 5.1.5 Acido clorhídrico (HCL), diluido 1:1
- 5.1.6 Acido clorhídrico (HCL), diluido 5:95
- 5.1.7 Acido fluorhídrico (HF) conc.
- 5.1.8 Acido sulfúrico (H₂SO₄), diluido 1:9
- 5.1.9 Los 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 porosidad media.

6 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra a ensayar consiste en una **porción** de material ferroso, obtenida tal como se indica en la Norma Venezolana COVENIN 834.

7 PROCEDIMIENTO

- 7.1 Se lava la muestra con éter etílico o el solvente **orgánico** para eliminar la materia orgánica superficial.
- 7.2 Se pesan **aproximadamente 2+0,001g** de la muestra y se **transfieren** a una cápsula de porcelana. Se añaden 30 ml **de ácido clorhídrico** y se calienta la **disolución** de la muestra. Se deja enfriar la misma.
- 7.3 Se óxida con 10 ml de ácido nítrico y se continúa calentando hasta que el precipitado adopte un color amarillo claro (sin partículas negras).
- 7.4 Se agregan 30 ml de ácido perclórico, se evapora hasta el desprendimiento abundante de humo blanco y se deja enfriar.

7.5 Se agregan 50 ml de ácido clorhídrico (1:1), se lleva a ebullición durante 15 min, se diluye con 50 ml de agua destilada caliente, se agrega pulpa de papel de filtro, se agita y se deja en reposo a 80°C por 45 min.

7.6 Se filtra a través de un papel de filtro de porosidad media. Se lava el precipitado con ácido clorhídrico (5:95) se introduce el papel de filtro en un crisol de platino, se seca y se calcina a 400°C sin permitir que el papel se inflame.

7.7 Se enfria, se añaden algunas gotas de ácido sulfúrico (1:9) y 5 ml de ácido fluorhídrico. Se evapora y se calcina entre 750°C y 800°C. Se lleva a peso constante (por ningún motivo se deberá exceder la temperatura de calcinación de 800°C porque de lo contrario se obtendrán resultados bajos, debido a la volatización del trióxido de tungsteno).

8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

8.1 El porcentaje de tungsteno se calcula con la siguiente fórmula:

$$W = \frac{0,793 \quad g1}{g2} \times 100$$

Donde:

W = Tungsteno, expresado en %

g1 = Masa del trióxido de tungsteno, expresado en g.

g2 = Masa de la muestra empleada, expresado en g.

0,793 = Factor de conversión del trióxido de tungsteno en tungsteno .

8.2 La tolerancia admisible es de $\pm 0,05 + (0,01 \times \% W)$

9 INFORME

El informe debe contener como mínimo lo siguiente:

9.1 Ensayo realizado de acuerdo a la Norma Venezolana COVENIN 947.

9.2 Fecha de realización del ensayo y nombre de la persona que lo realizó.

9.3 Identificación de la muestra.

9.4 Resultados parciales y finales

9.5 Determinación realizada con sus valores parciales totales

9.6 Observaciones

BIBLIOGRAFIA

COPANT 363-1972 Aceros. Método del ácido perclórico para la determinación de tungsteno. Comisión panamericana de Normas Técnicas. Editado por COPANT. Buenos Aires. 1972



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

publicación de :



IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN

CUALQUIER TRADUCCION O REPRODUCCION PARCIAL O TOTAL DE LA PRESENTE
NORMA DEBERA SER AUTORIZADA POR EL MINISTERIO DE FOMENTO