

CDU  
622:543.43:  
546.77

COVENIN  
949-79

MINISTERIO DE FOMENTO



# COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES

NORMA VENEZOLANA

METODO COLORIMETRICO PARA LA  
DETERMINACION DE MOLIBDENO  
EN MATERIALES FERROSOS

C D U

622:543.43:546.77

COVENIN

949-79

NORMA VENEZOLANA  
METODO COLORIMETRICO PARA LA DETERMINACION  
DE MOLIBDENO EN MATERIALES FERROSOS.

TRAMITE:

COMITE: CT7 MATERIALES FERROSOS  
PRESIDENTE: Dr. HENRY KANNEE  
SECRETARIO: Ing<sup>o</sup> IYANU HOSTOS B.  
SUBCOMITE: CT7/SC8 METODOS DE ENSAYOS QUIMICOS  
COORDINADOR: ASIST. ERNESTO AGUIRRE U.

P A R T I C I P A N T E S

INVESTI  
FERROMINERA DEL ORINOCO  
SIDOR  
MIN. ENERGIA Y MINAS  
GENERAL MOTORS  
I.U.T.

EZEQUIEL DIAZ  
RAFAEL LEOMBRUNO  
JUAN ARNAIZ  
ALONSO PRATO  
JAIME GIRAUD  
HELIOS CLEMENTE

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 4-4-79

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 12-06-79

METODO COLORIMETRICO PARA LA DETERMINACION DE MOLIBDENO EN MATERIALES FERROSOS.

949-79

### 1 ALCANCE

Esta Norma contempla el método colorimétrico para la determinación cuantitativa del molibdeno en materiales ferrosos con concentración del mismo, inferior a 0,75%.

### 2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 834-75 : Método de obtención de muestras para la determinación de su composición química.

### 3 PRINCIPIO DE ENSAYO

El método descrito en la presente Norma consiste en la formación en medio ácido de un complejo de color ambar a rojo anaranjado de sulfocianuro de molibdeno debido a la reacción entre el molibdeno y el sulfocianuro de sodio. El complejo coloreado se extrae con acetato de butilo en presencia de cloruro Estannoso y posteriormente se determina el contenido de molibdeno colorimétricamente.

### 4 EQUIPO DE ENSAYO

#### 4.1 APARATOS

4.1.1 Para realizar esta determinación, se requiere, además del equipo usual de laboratorio de análisis químico, un colorímetro adecuado o un espectrofotómetro.

#### 4.2 REACTIVOS

4.2.1 Solución de sulfocianuro de sodio (50 g/l).

4.2.2 Solución de cloruro estannoso

Se prepara disolviendo 350 g de la sal dihidratada en 100 ml de ácido clorhídrico concentrado (calentar si fuese necesario) y diluir a 1 l, añadir estaño metálico.

4.2.3 Solución de sulfato ferroso epta-hidratado (80 g/l).

Disolver 80 g en agua destilada. Diluir a 1 litro.

4.2.4 Acetato de butilo o alcohol isoamílico saturado con cloruro estannoso y sulfocianuro de sodio. Se prepara de la forma siguiente:

Agitar en un embudo de separación 50 ml de acetato de butilo o alcohol isoamílico con 25 ml de una solución de 80 g/l de sulfato ferroso eptahidratado; 10 ml de solución de sulfocianuro sódico (4.2.1) y 10 ml de solución de cloruro estannoso (4.2.2). Dejar reposar y descartar la capa ácida. Preparar el solvente según este método y conservado en un frasco color ambar.

4.2.5 Acido perclórico ( $\text{HClO}_4$ ) al 60%.

4.2.6 Solución estandar de Molibdeno (1 ml = 0,2 mg de Mo). Se pesan al 0,0001 g aproximadamente 0,2 g de Mo metálico (99,8% de pureza) y se transfiere cuantitativamente a un vaso de 150 ml. Disolver en 10 ml de HCl y añadir algunas gotas de ácido nítrico para facilitar la solución. Enfriar, transferir a un matraz aforado de un litro y homogeneizar.

4.2.7 Acido tartárico

4.2.8 Solución de hidróxido de sodio al 20%

4.2.9 Acido sulfúrico (1:1)

4.2.10 Acido sulfúrico (1:9)

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

## 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 eter etílico o el solvente orgánico elegido para eliminar la materia orgánica (grasa, aceite, etc).

6.2 Se pesan al 0,0001 g aproximadamente 0,1 g de la muestra y se transfieren cuantitativamente a un matraz de 125 ml, se añaden 15 ml de ácido perclórico y 5 ml de agua destilada (ver nota 1).

6.3 Se calienta suavemente hasta disolución completa y luego fuertemente hasta aparición de humos densos, continuando el calentamiento por espacio de 5 min (ver nota 2).

6.4 Se retira del calor, se enfría y se le agregan 2 g de ácido tartárico y aproximadamente 30 ml de hidróxido de sodio (4.2.8). Se calienta a 80°C por unos minutos, se retira de la fuente de calor y se hace enfriar.

6.5 Se neutraliza con ácido sulfúrico (1:1) y se agrega un exceso de 2 ml a 8 ml de solución de manera de obtener una solución que contenga 10% V/V de ácido sulfúrico.

6.6 Se agregan 25 ml de agua destilada y se transfiere la solución a un embudo de separación de 250 ml, enjuagando las paredes del matraz con 2 porciones de 5 ml de ácido sulfúrico (1:9).

6.7 Se vierten en el embudo de separación 50 ml de acetato de butilo (4.2.4), se agita fuertemente durante 1 minuto y se deja separar las dos capas. Transfiere la capa orgánica (capa superior) a un matraz aforado de 100 ml.

6.8 La fase ácida (capa inferior) se transfiere a otro embudo de separación y se procede a hacer una nueva extracción con 40 ml de

acetato de butilo.

6.9 Descarte la capa ácida (parte inferior) y reuna la capa orgánica con la obtenida en 6.7.

6.10 Se lleva a volumen con acetato de butilo (Ver Nota 3).

6.11 Una porción de extracto se transfiere a una celda de absorción y se mide la absorbancia o transmitancia en un colorímetro filtro verde o espectrofotómetro con longitud de onda a 540  $\mu\text{m}$ .

6.12 Se hace un "blanco" con todos los reactivos, para calibrar el (los) aparato(s) a cero.

6.13 Determinar el porcentaje de molibdeno al llevar los valores obtenidos a la gráfica de calibración.

6.14 La gráfica de calibración se prepara previamente, añadiendo varias porciones de solución estandar de molibdeno a una solución matriz de acero exenta de molibdeno procediendo según 6.2 a 6.10.

6.15 Se recomienda hacer tres determinaciones dentro de las desviaciones relativas máximas permisibles y tomar el promedio.

#### NOTA 1

Para aceros y arrabios que contengan 0,02 a 0,4% de Mo, pesar 0,1 g de muestra. Cuando el contenido en Mo sea superior a esta cantidad, utilizar cantidades proporcionales de muestras y reactivos.

Si el material contiene menos de 0,02% de Mo, disolver 0,5 a 1 g de muestra y en este caso añadir 20 ml de cloruro estannoso.

El cloruro estannoso es necesario añadirlo para contrarrestar la posible coloración del sulfocianuro de sodio.

#### NOTA 2

En el caso de aceros de alto silicio, añadir 0,5 ml de ácido (fluorhídrico) antes de evaporar a humos blancos. Enfriar, lavar las paredes del vaso con agua y evaporar nuevamente a humos. Dejar enfriar, añadir 25 ml de agua y hervir durante algunos minutos para expulsar el cloro.

NOTA 3:

El volumen del matraz deberá ser escogido de forma tal que la concentración de molibdeno no sea mayor a 0,03 mg/ml para poder obtener una coloración satisfactoria. La extracción deberá hacerse inmediatamente después de haber añadido la solución de cloruro estannoso.

NOTA 4:

Deberán realizarse 3 determinaciones como mínimo dentro de las desviaciones relativas máximas permisibles y tomar el promedio.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 Los resultados se obtienen de la gráfica de calibración indicada en 6.14 y se expresan en porcentaje.

7.2 La tolerancia admisible es de  $\pm 0,02 + (0,02 \times \% \text{ Mo})$ .

8 INFORME

8.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN Nº

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

COPANT 366 (Aceros. Método colorimétrico para la determinación del molibdeno.





**publicación de:**

**COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES**  
**MINISTERIO DE FOMENTO**  
**Edif. Fundación La Salle, 5º piso, Av. Boyacá (Cota Mill)**  
**CARACAS**