

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
971-78**

**METODO DE DESPRENDIMIENTO
PARA LA DETERMINACION
CUANTITATIVA DE AZUFRE EN
ACEROS**



TRAMITE:

COMITE: CT7 MATERIALES FERROSOS
PRESIDENTE: DR. HENRY KANNEE
SECRETARIO: ING^o 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	EZEQUIEL DIAZ
FERROMINERA DEL ORINOCO	RAFAEL LEOMBRUNO
SIDOR	JUAN ARNAIZ
MIN. MINAS E HIDROCARBUROS	ALONSO PRATO
VICSON S.A.	RUSBER ORTEGA
UNIVERSIDAD CATOLICA ANDRES BELLO	SAUL CORREA
GENERAL MOTORS	JAIME GIRAU
SIVENSA	HORACIO MENDEZ

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 10-11-78

FECHA DE APROBACION POR COVENIN: 12-12-78

NORMA VENEZOLANA

METODO DE DESPRENDIMIENTO PARA LA
DETERMINACION CUANTITATIVA DE AZU
FRE EN ACEROS.

COVENIN
971-78

1 ALCANCE

Esta Norma contempla el método de desprendimiento para la determinación cuantitativa de azufre en aceros. No se recomienda para aceros al Selenio.

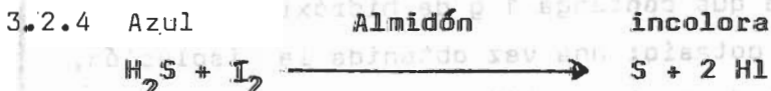
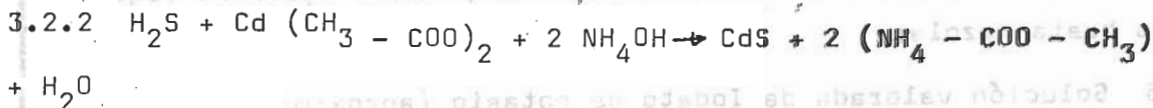
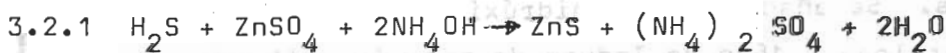
2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

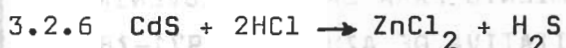
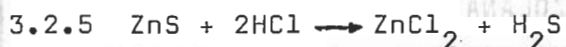
COVENIN 834-75: Métodos de obtención de muestras para la determinación de su composición química.

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

3.1 El método descrito en la presente norma consiste en separar el azufre presente en la muestra bajo la forma sulfuros, por la acción del ácido clorhídrico sobre el acero; el azufre contenido es desprendido como sulfuro de hidrógeno y es fijado en solución amoniacal de acetato de cadmio o sulfato de cinc. El sulfuro de hidrógeno desprendido es valorado yodometricamente.

3.2 Las reacciones que tienen lugar en el proceso son:





3.2.7 Dos átomos gramos de iodo se corresponden a 1 átomo gramo de azufre, esto es, un mililitro de solución 0,1000N de iodo corresponden a 0,0016 g. de azufre.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

4.1.1 Se requieren los aparatos usuales de laboratorio químico.

4.1.2 Se instala un aparato (figura 2) el cual consta de un matraz de 500 ml provisto de un tapón de goma (exento de azufre) bihoradado, en el cual se insertan un tubo de seguridad de 100 ml y de vástago largo, y un tubo de salida con una trampa de Kjeldahl o un dispositivo similar para la retención de gotas. Este último tubo se conecta con otro, de extremo afinado, que conduzca los gases a un vaso de forma alta de 500 ml de capacidad, el cual contendrá la solución amoniacal de sulfato de cinc o acetato de cadmio con un dispositivo para su enfriamiento.

4.2 REACTIVOS

4.2.1 Acido clorhídrico diluído (1:1).

4.2.2 Solución amoniacal de sulfato de cinc.

Se prepara 5 g de una suspensión de almidón soluble en 25 ml de agua destilada. Esta suspensión se agrega a 500 ml de agua hirviendo, se agita y se enfría. Se añaden 5 g de hidróxido de sodio disueltos en 50 ml de agua destilada y 15 g de Ioduro de potasio agitando vigorosamente hasta mezclar.

4.2.3 Solución valorada de Iodato de potasio (aproximadamente 0,03N).

Se prepara disolviendo 1,12 g de KIO_3 , pesados con precisión de 1 mg, en 250 ml de agua destilada que contenga 1 g de hidróxido de sodio y se añaden 5 g de Ioduro de potasio; una vez obtenida la disolución, se completa con agua destilada hasta un litro en matraz aforado.

Para titular esta solución se deberá usar una muestra patrón de un material similar al analizado y con un contenido de azufre conocido. A esta muestra se le someterá al mismo procedimiento del punto 6.1 a 6.1.6. La cantidad de azufre en gramos, presente en la muestra patrón, dividida por el volumen de la solución de KIO_3 consumido durante la titulación, representará la concentración de la solución en términos de azufre.

4.2.4 Hidróxido de sodio.

4.2.5 Iodato de potasio.

4.2.6 Ioduro de potasio.

4.2.7 Solución de acetato de cadmio.

Disolver 25 g de acetato de cadmio en 250 ml de ácido acético glacial y llevar hasta un litro con agua destilada.

4.2.8 CO_2

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

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consistirá en muestras obtenidas según 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 superficial (grasa, aceite, ect)

6.2 PROCEDIMIENTO PARA ACEROS AL CARBONO Y HIERRO FORJADO.

6.2.1 Se pesan con precisión de 1 mg aproximadamente 5 g de la muestra, se transfieren cuantitativamente al matraz de 500 ml y se conecta con el resto del aparato.

6.2.2 Se vierten 15 ml de la solución amoniacal de sulfato de cinc en el vaso absorbedor y se agregan 150 ml de agua destilada.

6.2.3 Se agregan lentamente, a través del embudo de separación, 80 ml de ácido clorhídrico (1:1) y se calienta suavemente el matraz de reacción hasta que toda la muestra se haya disuelto, regulando la temperatura de manera que el desprendimiento sea uniforme e ininterrumpido. Hay que cuidar de que la solución no sufra calentamiento excesivo, ya que la absorción del gas se dificulta.

6.2.4 Una vez disuelta la muestra, se hierve durante 30 s. Se desconecta el tubo conductor de gases y se lava interiormente con agua destilada, recogiendo los lavados en el vaso absorbedor.

6.2.5 Se agregan 40 ml de ácido clorhídrico (1:1) se enfría y se añaden 2 ml de la solución de almidón.

6.2.6 Se titula inmediatamente con la solución valorada de Iodato de potasio agitando con ayuda del tubo conductor de gases empleado en la operación, hasta que se obtenga una coloración azul que persista por espacio de un minuto. Se anota el volumen de la solución de Iodato, necesario para obtener el color azul como V_1 .

6.2.7 Se repite el procedimiento anterior, usando las mismas cantidades de reactivos y en ausencia de la muestra. Se anota el volumen de solución de Iodato, necesario para obtener la coloración azul como V_0 .

6.2.8 Algunos aceros disuelven muy lentamente y otros, como ciertos aceros de alto contenido de azufre o carbono, no pasan completamente a solución. En tales casos la muestra deberán ser tratadas como sigue, se transfieren 5 g de la muestra a un crisol de porcelana de 20 ml se cubre con una capa de grafito pulverizado o en láminas aproximadamente de 6 mm tape el crisol y caliente a 685°C durante 20 min. Transfiera el acero y el grafito ya tratados y fríos, al matraz de 500 ml y proceda de acuerdo con 6.1.1 a 6.1.7.

6.3 PROCEDIMIENTO PARA ACEROS ALEADOS Y DE ALTO SILICIO

6.3.1 Para que el método por desprendimiento dé resultado, es necesario que todo el azufre del material sea transformado a H_2S . Esto no sucede en todos los aceros aleados ni en los aceros de alto silicio.

Por esto es necesario introducir ciertas variantes en el método, las cuales son enumeradas a continuación:

6.3.1.1 Para aquellos aceros aleados (especialmente aceros al Mo) que no liberan su azufre con el ácido clorhídrico (1:1) se recomienda emplear ácido clorhídrico concentrado o una solución (2:1) del mismo clorhídrico.

6.3.1.2 Para aceros de alto silicio se recomienda utilizar ácido clorhídrico más una pequeña cantidad de ácido fluorhídrico (0,5 ml).

6.3.2 En las dos variantes anteriores se recomienda utilizar un equipo como el de la figura 2.

6.4 PROCEDIMIENTO PARA FUNDICIONES DE HIERRO

6.4.1 La mayoría de las fundiciones de hierro no liberan su azufre con facilidad por lo que se recomienda un tratamiento como el descrito en el punto 6.1.8.

6.4.2 Con las fundiciones de alto silicio se emplea ácido clorhídrico (1:1) caliente (80°C), calentando rápidamente hasta la ebullición y manteniéndola a fuego lento; para acelerar la reacción se añaden 0,5 ml de HF. Para la utilización de ácido clorhídrico concentrado se necesita un aparato como el de la figura 2.

Además se tendrá mucho cuidado de evitar una excesiva neutralización del absorbente alcalino.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El porcentaje de azufre contenido en la muestra se calcula aplicando la siguiente fórmula:

$$\% S = \frac{(V_1 - V_0) \cdot N \cdot 0,016 \times 100}{g}$$

donde:

% S = El contenido de azufre en tanto por ciento en peso.

V_1 = Volumen de la sal de KIO_3 consumida en la titulación de la muestra en ml.

V_0 = El volumen de la solución KIO_3 consumida en la prueba en blanco, en ml.

0,016= miliequivalente gramo del S.

g = peso de la muestra, en gramos.

N = Normalidad de la solución de KIO_3 .

7.2 La tolerancia admisible de los resultados es de $\pm 0,005\%$ de S.

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

9.1 COPANT R 23 (Comisión Panamericana de Normas Técnicas).

9.2 ASTM E 30-68 (American Society for Testing and Materials).

EXPOSICIÓN DE LOS RESULTADOS

APARATO PARA LA DETERMINACION DE AZUFRE POR EL METODO DE EVOLUCION

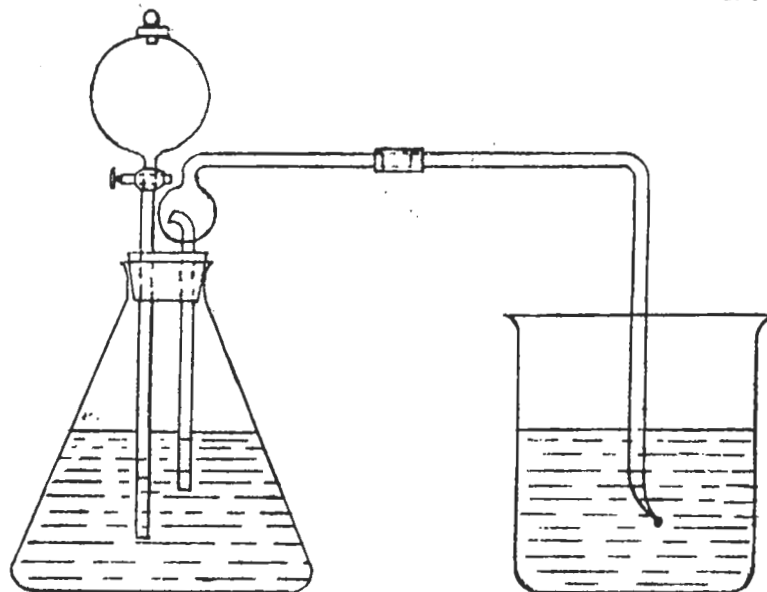


FIG. 1

APARATO PARA LA DETERMINACION DE AZUFRE POR EL METODO DE EVOLUCION

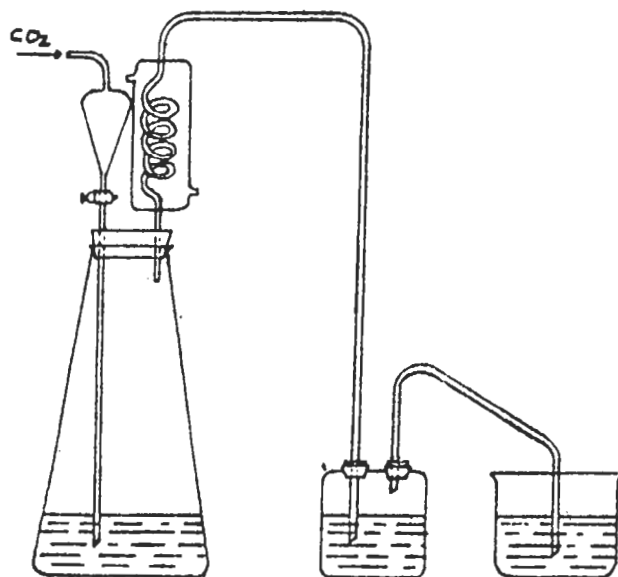


FIG. 2

COVENIN
971-78

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 543.06:669.18:546.22

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
