
Norma Venezolana COVENIN



2544-88

ISO 4751-84

Cobre y sus aleaciones. Determinación del contenido de estaño. Método espectrométrico.

C.D.U. 669.3:543.42:546.811

ISBN 980-06-0333-6

PROLOGO

La presente norma es una adopción textual de la ISO 4751-84 Copper and copper alloys. Determination of tin content. Spectrometric method.

TRAMITE

COMITE TECNICO CT8: MATERIALES METALICOS NO FERROSOS

PRESIDENTE: ING. LEOPOLDO QUINTERO

VICEPRESIDENTES: ING. LUIS ROMERO
ING. JULIO VELASCO

SECRETARIO: ING. INES CONDE

SUBCOMITE TECNICO CT8/SC2: COBRE Y SUS ALEACIONES

COORDINADOR: ING. INES CONDE

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

A.I.M.M.

ALBERTO RIVERO

DEFORMACIONES PLASTICAS DE METALES

JORGE PONTIN

INFRA

OSCAR GONZALEZ

METALEX

JUAN CASAS
JESUS RAMIREZ

FECHA DE APROBACION POR LA COMISION DE ADOPCION: 11-11-88

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 07-12-88

INTRODUCCION

ISO (Organización Internacional para la Normalización) es una Federación a nivel mundial de Institutos de Normalización Nacional (miembros ISO). El trabajo de desarrollar Normas Internacionales es llevado a cabo a través de Comités Técnicos ISO. Cada Instituto interesado en una materia, en la cual se ha autorizado un Comité Técnico tiene el derecho de estar representado en dicho Comité. Organizaciones Internacionales, gubernamentales y no gubernamentales, conjuntamente con la ISO, también toman parte en el trabajo.

Los esquemas de Normas Internacionales adoptados por los Comités Técnicos son circulados a las Instituciones para su aprobación, antes de su aceptación como una Norma Internacional por el Consejo ISO.

La Norma Internacional ISO 4751 fue desarrollada por el Comité Técnico ISO/TC26, Cobre y sus Aleaciones y fue circulada a las Instituciones en Agosto de 1982.

Ha sido aprobada por las Instituciones de los siguientes países:

AFRICA DEL SUR	INDIA
ALEMANIA	IRAN
AUSTRIA	ITALIA
BRASIL	JAPON
BELGICA	HOLANDA
CANADA	NUEVA ZELANDIA
CHILE	NORUEGA
CHECOSLOVAQUIA	POLONIA
COREA DEL NORTE	PORTUGAL
COREA DEL SUR	RUMANIA
DINAMARCA	SUECIA
EGIPTO	SUIZA
ESPAÑA	THAILANDIA
FINLANDIA	TURQUIA
	U.R.S.S.

Los Institutos miembros de los siguientes países expresaron desaprobación al documento por razones técnicas:

AUSTRALIA

ESTADOS UNIDOS

FRANCIA

NORMA VENEZOLANA
COBRE Y SUS ALEACIONES
DETERMINACION DEL CONTENIDO DE ESTAÑO
METODO ESPECTROMETRICO

COVENIN
2544-88
ISO 4751-84 (E)

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece el método espectrométrico para la determinación de estaño en cobre y aleaciones de cobre.

El método es aplicable a la determinación de estaño entre 0,005 y 0,5% (m/m) en cobre y aleaciones de cobre indicadas en la Norma Venezolana COVENIN 2405

2 PRINCIPIO

La extracción se realiza en acetona de metilo-isobutilo y se determina el complejo amarillo de estaño por espectrometría.

3 REACTIVOS

Se deben utilizar durante el ensayo, solamente reactivos de grado analítico reconocido y solamente agua destilada o de pureza equivalente.

3.1 ACIDO CLORHIDRICO, 1,19 g/ml.

3.2 ACETONA DIMETILO-ISOBUTILO

3.3 SOLUCION DE AMONIO, 0,91 g/ml.

3.4 PEROXIDO DE HIDROGENO, 30% (m/m)

3.5 SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO, diluida 1:1.

Se diluyen 50 ml de ácido clorhídrico (ver punto 3.1) con 50 ml de agua.

3.6 SOLUCION DE ACIDO SULFURICO, diluida 1:19

Se diluyen con agua a 1000 ml 50 ml de ácido sulfúrico, 1,84 g/ml.

3.7 SOLUCION DE TIUREA, 60 g/l

Se disuelven en agua, 15 g tiurea (NH_2CSNH_2) y se diluyen a 250 ml.

3.8 SOLUCION DE ACIDO ASCORBICO, 20 g/l.

3.8.1 Se disuelve en agua 1 g de ácido ascórbico y se diluye a 50 ml.

3.8.2 Se utiliza la solución de preparación reciente.

3.9 QUERCETIN, Solución ácida en etanol, 1 g/l.

Se disuelven 500 mg de quercetin en 300 ml de etanol al 95% (V/V) en un balón volumétrico. La disolución toma varias horas. Se adicionan 25 ml de ácido clorhídrico (ver punto 3.1), se diluye con etanol hasta la marca y se mezcla. Se filtra y se retira cualquier residuo.

3.10 SOLUCION ESTANDAR DE ESTAÑO, correspondiente a 0,5 g de estaño por litro.

Se disuelven en un balón volumétrico de 1000 ml 500 mg de estaño puro en 100 ml de ácido clorhídrico (ver punto 3.1). Se enfría, se diluye con agua hasta la marca y se mezcla.

1 ml de esta solución estándar contiene 0,5 mg de Sn.

3.11 SOLUCION ESTANDAR DE ESTAÑO, correspondiente a 0,050 g de estaño por litro.

Se transfieren a un balón volumétrico de 100 ml, 10,0 ml de la solución estándar de estaño (ver punto 3.10). Se adicionan 20 ml de ácido clorhídrico (ver punto 3.1). Se diluye con agua hasta la marca y se mezcla.

1 ml de esta solución estándar contiene 50 μ g de Sn.

3.12 SOLUCION BASE DE COBRE, 1 g/l.

Se disuelven 5,0 g de cobre electrolítico (libre de estaño) en 100 ml de ácido clorhídrico (ver punto 3.1). Se adicionan porciones de 5 ml de peróxido de hidrógeno (ver punto 3.4), hasta que el cobre se disuelva completamente y luego se adicionan 200 ml de agua y se hierve para destruir el exceso de peróxido de hidrógeno.

Se enfría y se transfiere a un balón volumétrico de 1000 ml. Se diluye con agua hasta la marca y se mezcla.

4 EQUIPOS

Equipos normales de laboratorio y

4.1 ESPECTROMETRO

5 PROCEDIMIENTO

5.1 De acuerdo al contenido de Estaño (Sn) esperado en la muestra, se pesa con una precisión de 0,001 g una porción de ensayo según se indica en la tabla 1. Se transfiere la porción de ensayo a un frasco cónico de 250 ml.

TABLA 1

CONTENIDO DE Sn ESPERADO EN LA MUESTRA % (m/m)	MASA DE LA PORCION DE PRUEBA g	PREDILUCION	
		PORCION ALICUOTA TOMADA ml	DILUIDO A ml
0,005 a 0,010	2	SIN PREDILUCION SIN PREDILUCION	
0,01 a 0,02	1		
0,01 a 0,04	1	100	200
0,04 a 0,08	1	50	200
0,08 a 0,16	1	25	100
0,16 a 0,30	0,5	25	100
0,30 a 0,50	0,4	20	100

5.2 Se ataca, bajo un chorro de agua fría, la porción de ensayo con 20 ml de solución de ácido clorhídrico (ver punto 3.5) y 10 ml de solución de peróxido de hidrógeno (ver punto 3.4) en porciones pequeñas. Es necesario disolver lentamente para evitar pérdida de cloruro de estaño. Se completa la disolución mediante calentamiento suave. Se adicionan 10 ml de agua y se hierve para eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno. Se transfiere la solución de ensayo a un balón volumétrico de 200 ml.

5.3 Si de acuerdo a la tabla 1 no es necesario realizar una predilución, se procede como se indica en el punto 5.4. Si hay que realizar una predilución, se diluye con agua hasta 200 ml y se mezcla.

Se transfiere la porción alícuota seleccionada a un balón volumétrico de 200 ml.

5.4 Se neutraliza con la solución de amonio (ver punto 3.3) justo hasta el punto donde aparece y permanece un precipitado.

Se disuelve el precipitado con ácido clorhídrico (ver punto 3.1), el cual se adiciona gota a gota. Se adicionan 20 ml de agua y 30,0 ml de ácido clorhídrico. Se enfría, se diluye con agua hasta la marca y se mezcla.

5.5 Se introducen sucesivamente dentro de un embudo de separación de 125 ml.

- 25 ml de la solución de tiurea (ver punto 3.7);
- 5 ml de la solución de ácido ascórbico (ver punto 3.8).
- 10,0 ml de la solución quercetin, (ver punto 3.9) y se mezcla.
- 10,0 ml de la solución muestra, mientras se mezcla.
- 20,0 ml de acetona de metilo-isobutilo.

5.6 Se agita por 1 min y se deja por 3 min que las capas se separen. Se descarta la capa acuosa. Se adicionan 5 ml de la solución de ácido sulfúrico (ver punto 3.6), sin mezclar. Se escurre y se retira la fase ácida y se adicionan 20 ml de la solución de ácido sulfúrico.

Se agita por 30 s. Se evita durante la agitación un entremezclado de las fases, esto prolongará el tiempo de separación. Después de 3 min, se escurre y se

descarta la fase ácida y un poco de la fase orgánica. Se transfiere a través de un papel de filtro rápido y seco el remanente de la fase orgánica a un frasco seco con tapa. Después de 10 min, se mide a 440 nm la absorción de la solución utilizando el espectrómetro (ver punto 4.1) equipado con una celda de 20 nm contra acetona de metilo isobutilo.

5.7 Se realiza un ensayo en blanco a través del procedimiento y se corrigen los resultados para el blanco. Se utiliza la misma masa de cobre electrolítico libre de estaño que en la masa de ensayo.

5.8 ENSAYO DE CHEQUEO

Se realiza un chequeo preliminar del equipo mediante la preparación de una solución de material estándar o una muestra sintética que contenga una cantidad conocida de estaño y una composición similar al material a ser analizado y se realiza el procedimiento como se especifica del punto 5.1 al 5.7.

6 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

Se adicionan 50 ml de la solución base de cobre (ver punto 3.12) a cada uno de siete balones volumétricos de 200 ml. Se adicionan 10 ml de agua y se hierve para eliminar el exceso de peróxido de hidrógeno. Se adicionan en forma de incrementos, cantidades de la solución estándar (ver punto 3.11), por ejemplo: 0-0,5, 1,0-2,0-3,0 4,0 - 5,0ml, correspondientes a 0-25-50-100-150-200-250 g de estaño respectivamente. Se procede como se especifica en los puntos 5.4, 5.5 y 5.6. Se elabora la curva de calibración a partir de los valores medidos después de corregidos los resultados para el blanco.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Se lee de la curva de calibración, la masa de estaño en microgramos, correspondiente al valor de absorción medido (después de corregido por el blanco) y se calcula como un porcentaje en masa el contenido de estaño de la muestra, según una de las siguientes fórmulas:

Sin predilución

$$\frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

$$= \frac{m_1 \times 10^{-4}}{m_0}$$

Con predilución

$$\frac{m_1 \times 10^{-6} \times 200}{m_0 \times V} \times 100$$

$$= \frac{m_1 \times 2 \times 10^{-2}}{m_p \times V}$$

donde:

- m_p es la masa de la porción de ensayo, en gramos (ver punto 5.1)
- m_1 es la masa de estaño encontrada en la solución muestra en microgramos.
- 200 es el volumen diluido de la porción alicuota tomada para la determinación (ver punto 5.1) en mililitros.
- V es el volumen de la porción alicuota tomada para la determinación (ver punto 5.1), en mililitros.

8 INFORME

El informe debe incluir lo siguiente:

- a) Identificación de la muestra.
- b) Referencia del método utilizado.
- c) Resultados y método de expresión utilizado.
- d) Cualquier característica no usual observada durante la determinación.
- e) Cualquier operación no incluida en esta norma o considerada como opcional, la cual pueda afectar los resultados.
- f) Fecha de realización del ensayo.
- g) Nombre de la persona que realizó el ensayo.
- h) Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN 2544.



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andres Bello Edif. Torre Fondo Comùn Piso II
CARACAS

publicación de:



IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN