
Norma Venezolana COVENIN



2473-87

**Cobre y sus aleaciones. Determinación del fósforo.
Método fotométrico.**

C D U 669.35

66.014 : 669.779.543.42

ISBN 980-06-0197-X

TRAMITE:

COMITE TECNICO CT8: MATERIALES METALICOS NO FERROSOS

PRESIDENTE: ING. JOSE LUIS URRUTIA

VICEPRESIDENTES: ING. LEOPOLDO QUINTERO
ING. ANTONIO VERA

SECRETARIO: ING. INES CONDE

SUBCOMITE TECNICO CT8/SC2: COBRE Y SUS ALEACIONES

COORDINADOR: ING. INES CONDE

PARTICIPANTES

ENTIDAD

A.I.M.M.

ALCASA

FAACA

FAVENPA

FRIO-KING

METALEX

REPRESENTANTES

LUIS CUMANA

LUIS ROMERO

ANIBAL GALANTON
LEOPOLDO MARCANO

JOSE RUIZ

OSCAR OCARIZ
STELVIO UDINA

JUAN CASAS
SABINO GOIRI
JESUS RAMIREZ

FECHA DE ENVIO A DISCUSION PUBLICA: 25-11-86

DURACION: 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 21-04-87

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 08-12-87

NORMA VENEZOLANA
COBRE Y SUS ALEACIONES
DETERMINACION DEL FOSFORO
METODO FOTOMETRICO

COVENIN
2473-87

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN	1073-80	Método de obtención de muestras de materiales metálicos no ferrosos y sus aleaciones, en formas fundidas, para la determinación de su composición química.
COVENIN	1076-80	Método de obtención de muestras de materiales metálicos no ferrosos y sus aleaciones, trabajadas mecánicamente, para la determinación de su composición química.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

2.1 Esta norma establece el método fotométrico para la determinación del fósforo en aleaciones de cobre con o sin estaño que contengan de 0,01 a 1,20% de fósforo, en cobre desoxidado y en latones fosforizados.

2.2 Para la correcta determinación del fósforo por este método, el contenido de otros elementos en cobre y en aleaciones de cobre deberá estar dentro de los límites siguientes:

ELEMENTO	PORCENTAJE
Cobre	> 50,00
Estaño	0,00 - 20,00
Plomo	0,00 - 27,00
Hierro	0,00 - 4,00
Manganeso	0,00 - 6,00
Silicio	0,00 - 5,00
Aluminio	0,00 - 12,00
Níquel	0,00 - 5,00
Azufre	0,00 - 0,10
Fósforo	0,00 - 1,20
Arsénico	0,00 - 1,00
Antimonio	0,00 - 1,00
Zinc	hasta completar 100%

3 EQUIPOS E/O INSTRUMENTOS

- 3.1 FOTOMETRO
- 3.2 BALON VOLUMETRICO DE 50, 100, 150 y 1000 ml.
- 3.3 CELDA DE ABSORCION
- 3.4 BOTELLA OSCURA
- 3.5 VIDRIO DE RELOJ
- 3.6 PIPETA GRADUADA DE 0-10 ml
- 3.7 PLANCHA DE CALENTAMIENTO
- 3.8 VASOS DE PRECIPITADO DE 150 ml.
- 3.9 BALANZA ANALITICA.

4 REACTIVOS

- 4.1 SOLUCION DE MOLIBDATO DE AMONIO, 95 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}/\text{l}$
 - 4.1.1 Se disuelven 100 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 600 ml de agua a 50°C y se diluye con agua a 1 litro. Se debe usar agua destilada libre de fósforo.
 - 4.1.2 Se filtra la solución anterior antes de usar.
- 4.2 SOLUCION DE VANADATO DE AMONIO, 2,5 g $\text{NH}_4\text{VO}_3/\text{l}$
 - 4.2.1 Se disuelven 2,50 g de NH_4VO_3 en 500 ml de agua caliente.
 - 4.2.2 Se adicionan 20 ml de HNO_3 (65%) cuando la solución se complete.
 - 4.2.3 Se deja enfriar.
 - 4.2.4 Se diluye a un litro.
- 4.3 COBRE (BAJO FOSFORO)

Cobre que contenga menos de 0,0002% de fósforo.
- 4.4 PEROXIDO DE HIDROGENO (3%), H_2O_2
 - 4.4.1 Se diluyen 10 ml de H_2O_2 (30%) a 100 ml.
 - 4.4.2 Se guarda en una botella oscura en un lugar frío.
- 4.5 MEZCLA DE ACIDOS
 - 4.5.1 Se adicionan a 500 ml de agua, 320 ml de HNO_3 (65%) y 120 ml de HCl (35%) .
 - 4.5.2 Se enfría, se mezcla y se diluye a 1 litro.

NOTA 1: La mezcla de ácidos deberá ser realizada correctamente porque el tiempo requerido para lograr el desarrollo completo del color, depende del pH de la solución.

4.6 SOLUCION ESTANDAR A DE FOSFORO

(1 ml equivale a 0,05 mg de fósforo).

Se diluye un volumen de solución estándar C de fósforo (1 ml equivale a 0,4 mg de fósforo) con siete volúmenes de agua destilada libre de fósforo.

4.7 SOLUCION ESTANDAR B DE FOSFORO

(1 ml equivale a 0,2 mg de fósforo).

Se diluye un volumen de solución estándar C de fósforo (1 ml equivale a 0,4 mg de fósforo) con un volumen de agua destilada libre de fósforo.

4.8 SOLUCION ESTANDAR C DE FOSFORO

(1 ml equivale a 0,4 mg de fósforo).

4.8.1 Se disuelven 1,8312 g de Na_2HPO_4 en 200 ml de agua destilada libre de fósforo.

4.8.2 Se adicionan 100 ml de HNO_3 (20%) y se diluye a 1 litro en un balón volumétrico.

4.9 SOLUCION DE PERMANGANATO DE POTASIO

(10 g KMnO_4 / 1 H_2O).

4.10 SOLUCION ESTANDAR D DE FOSFORO

(1 ml equivale a 0,05 mg de fósforo).

4.10.1 Se disuelven 0,2292 g de Na_2HPO_4 en 200 ml de agua destilada.

4.10.2 Se agregan 100 ml de HNO_3 (20%) y se diluye a 1 litro en un balón volumétrico.

4.11 CARBURÓ DE SILICIO, en granos.

5 PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra a ensayar consiste en virutas obtenidas tal como se indica en las Normas Venezolanas COVENIN 1073 y 1076.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 OBTENCION DE LA CURVA DE CALIBRACION PARA ALEACIONES DE COBRE QUE CONTENGAN DE 0,01 a 0,20% DE FOSFORD

6.1.1 Se transfiere 1,0 g de cobre de bajo fósforo a cada uno de los 10 vasos de precipitado de 150 ml.

6.1.2 Se transfieren 2,0 - 4,0 - 6,0 - 8,0 y 10,0 ml de solución estándar A de fósforo a cinco de los vasos de precipitado.

6.1.3 Se transfieren 4,0 - 6,0 - 8,0 y 10,0 ml de solución estándar B de fósforo a cuatro de los vasos de precipitado restantes.

6.1.4 Se mantiene el décimo vaso de precipitado como un patrón.

6.1.5 Se agregan 15,0 ml de la mezcla de ácidos a cada uno de los 10 vasos de precipitado y algunos granos de carburo de silicio.

6.1.6 Se cubren con un vidrio de reloj y se calientan moderadamente hasta que se complete la disolución.

6.1.7 Se agrega 1 ml de peróxido de hidrógeno (3%) a la solución y se calienta lentamente de 3 a 5 minutos, se deberá evitar calentamientos prolongados porque la pérdida excesiva de ácido afecta al desarrollo completo del color.

6.1.8 Se retiran del fuego y se agregan 5 ml de vanadato de amonio (2,5 g/l).

6.1.9 Se enfrían a temperatura ambiente y se transfiere cada uno a un balón volumétrico de 50 ml.

6.1.10 Se agregan 5 ml de solución de molibdato de amonio (95 g/l) y se diluye hasta completar 50 ml.

6.1.11 Se mezcla y se deja reposar por 5 minutos.

6.1.12 Se transfiere una porción de cada solución a la celda de absorción, se mide la transmitancia o absorbancia a aproximadamente 470 nm y se compara el resultado con el patrón.

6.1.13 Se grafican los valores obtenidos contra los miligramos de fósforo por 50 ml de solución.

6.2 OBTENCION DE LA CURVA DE CALIBRACION PARA ALEACIONES DE COBRE QUE CONTENGAN DE 0,06 a 1,20% DE FOSFORD

6.2.1 Se transfieren 0,500 g de cobre de bajo contenido de fósforo a cada uno de los 9 vasos de precipitado de 150 ml.

6.2.2 Se transfiere 1,0 - 2,0 - 3,0 - 5,0 y 10,0 ml de solución estándar B de fósforo a cinco de los vasos de precipitado.

6.2.3 Se transfieren 8,0 - 10,0 y 15,0 ml de solución estándar C de fósforo a tres de los vasos de precipitado restantes.

6.2.4 Se mantiene el noveno vaso de precipitado como un patrón.

6.2.5 Se agregan 20,0 ml de la mezcla de ácidos a cada uno de los 9 vasos de precipitado y algunos granos de carburo de silicio.

6.2.6 Se cubren con un vidrio de reloj y se calientan moderadamente hasta que se complete la disolución.

6.2.7 Se agrega 1 ml de peróxido de hidrógeno (3%) a la solución y se calienta lentamente de 3 a 5 minutos, se deberá evitar calentamientos prolongados porque la pérdida excesiva de ácido afecta el desarrollo completo del color.

6.2.8 Se retiran del fuego y se agregan 10 ml de solución de vanadato de amonio (2,5 g/l).

6.2.9 Se enfrían a temperatura ambiente y se transfiere el contenido de cada uno a un balón volumétrico de 100 ml.

6.2.10 Se agregan 10 ml de solución de molibdato de amonio (95 g/l) y se diluye hasta completar 100 ml.

6.2.11 Se mezclan y se dejan reposar por 5 minutos.

6.2.12 Se transfiere una porción de cada solución a la celda de absorción, se mide la transmitancia o absorbancia a aproximadamente 470 nm y se compara el resultado con el patrón.

6.2.13 Se grafican los valores obtenidos contra los miligramos de fósforo por 100 ml de solución.

6.3 OBTENCION DE LA CURVA DE CALIBRACION PARA COBRE DESOXIDADO Y LATONES FOSFORIZADOS

6.3.1 Se transfiere 1,0 g de cobre de bajo contenido de fósforo a cada uno de los 6 vasos de precipitado de 150 ml.

6.3.2 Se agregan 10 ml de HNO_3 (40%) a cada vaso de precipitado.

6.3.3 Se tapan y se dejan reposar en un baño de vapor hasta que se complete la disolución.

6.3.4 Se mantiene un vaso de precipitado como un patrón.

6.3.5 Se agrega a cada uno de los vasos de precipitado 1,0-5,0-10,0-15,0 y 20,0 ml de solución estándar D de fósforo.

6.3.6 Se hierven las soluciones cubiertas, incluyendo el patrón por 1 minuto, hasta que salgan vapores marrones. Se deben evitar vigorosos y prolongados calentamientos, ya que la excesiva pérdida de HNO_3 afectará el desarrollo del color.

6.3.7 Se agregan 2 ml de KMnO_4 (10 g/l) y se calienta hasta ebullición.

6.3.8 Se agrega 1 ml de H_2O_2 (3%).

6.3.9 Se agita cada muestra hasta que el exceso de KMnO_4 sea eliminado y la solución se aclare.

6.3.10 Se agregan 2 ml de solución de vanadato de amonio (2,5 g/l) a cada uno de los vasos de precipitado.

6.3.11 Se hierven lentamente hasta que la solución tenga un color azul claro, lo cual indica que el exceso de H_2O_2 ha sido eliminado.

6.3.12 Se enfrían a temperatura ambiente.

6.3.13 Se transfiere a un balón volumétrico de 50 ml el contenido de cada vaso de precipitado y se agregan 2 ml de molibdato de amonio (95 g/l).

6.3.14 Se diluye hasta la marca, se agita y luego se deja reposar por 5 minutos.

6.3.15 Se transfiere una porción de la solución a la celda de absorción.

6.3.16 Se mide la transmitancia o absorbancia a aproximadamente 420 nm.

6.3.17 Se comparan con el patrón.

6.3.18 Se grafican los valores obtenidos contra los miligramos de fósforo por 50 ml de solución.

6.4 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE FOSFORO EN ALEACIONES DE COBRE QUE CONTENGAN ENTRE 0,01 Y 0,20% DE FOSFORO

6.4.1 Se transfiere 1,000 g de la muestra a un vaso de precipitado de 150 ml.

6.4.2 Se transfiere 0,500 g de cobre de bajo contenido de fósforo a un segundo vaso de precipitado y se mantiene como un patrón (ver Nota 2).

6.4.3 Se continúa como se indica en los puntos 6.1.5 al 6.1.12.

6.4.4 Se determinan en la curva de calibración los miligramos de fósforo presentes en la muestra utilizando para ello el valor obtenido según el punto 6.1.12.

6.5 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE FOSFORO EN ALEACIONES DE COBRE QUE CONTENGAN ENTRE 0,06 Y 1,20% DE FOSFORO

6.5.1 Se transfieren 0,500 g de muestra a un vaso de precipitado de 150 ml.

6.5.2 Se transfiere 0,500 g de cobre de bajo contenido de fósforo a un segundo vaso de precipitado y se mantiene como un patrón (ver Nota 2).

NOTA 2: La interferencia del hierro puede ser evitada usando una porción de la muestra del patrón y agregando todos los reactivos como se describe en el capítulo 5, con la excepción de la solución de molibdato.

6.5.3 Se continúa como se indica en los puntos 6.2.5 al 6.2.12.

6.5.4 Se determinan en la curva de calibración los miligramos de fósforo presentes en la muestra utilizando para ello el valor obtenido según el punto 6.2.12.

6.6 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE FOSFORO EN COBRE DESOXIDADO

6.6.1 Se transfiere 1,000 g de la muestra a un vaso de precipitado de 150 ml.

6.6.2 Se transfiere 1,000 g de cobre de bajo contenido de fósforo a un segundo vaso de precipitado y se mantiene como un patrón.

6.6.3 Se continúa según los puntos 6.3.2 al 6.3.17.

6.6.4 Se determinan en la curva de calibración los miligramos de fósforo presentes en la muestra utilizando para ello el valor obtenido según el punto 6.3.16.

6.7 DETERMINACION DEL CONTENIDO DE FOSFORO EN LATONES FOSFORIZADOS

6.7.1 Se transfiere una porción de la muestra que contenga 1,000 g de cobre a un vaso de precipitado de 150 ml.

6.7.2 Se transfiere 1,000 g de cobre de bajo contenido de fósforo a un segundo vaso de precipitado y se mantiene como un patrón.

6.7.3 Se continúa como se indica en los puntos 6.3.2 al 6.3.17, excepto que en la disolución se agregan adicionalmente 0,7 ml de HNO_3 (40%) por cada 0,1 g de muestra adicional, a 1,000 g.

6.7.4 Se determinan en la curva de calibración los miligramos de fósforo presentes en la muestra utilizando para ello el valor obtenido según el punto 6.3.16.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 El contenido de fósforo se calcula por la siguiente fórmula:

$$\% P = \frac{A}{B \times 10}$$

Donde:

P = contenido de fósforo, expresado en porcentaje.

A = contenido de fósforo, obtenido según la curva, expresado en miligramos.

B = peso de muestra usada, expresado en gramos.

8 INFORME

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

- 8.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN 2473.
- 8.2 Fecha y nombre de la persona que realizó el ensayo.
- 8.3 Identificación de la muestra.
- 8.4 Contenido de fósforo, expresado en porcentaje.
- 8.5 Observaciones.

BIBLIOGRAFIA

- ASTM E 62 -76 Standard PHOTOMETRIC METHODS FOR CHEMICAL ANALYSIS OF COPPER AND COPPER ALLOYS. American Society for Testing, and Materials. 1978. Annual Book of ASTM Standards. Part 12. Edited by ASTM. Easton, Md. USA.



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andres Bello Edif. Torre Fondo Común Piso II
CARACAS

publicación de:



FONDONORMA

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN