
Norma Venezolana COVENIN



2545-88

ISO 4749-84

Cobre y sus aleaciones. Determinación del contenido de plomo. Método espectrométrico de absorción atómica a la llama.

C.D.U. 669.35:543.422:546.815

ISBN 980-06-0334-4

PROLOGO

La presente norma es una adopción textual de la ISO 4749-1984 "Copper alloys. Determination of lead content. Flame atomic absorption 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

A.I.M.M.

DEFORMACIONES PLASTICAS DE METALES

INFRA

METALEX

REPRESENTANTE

ALBERTO RIVERO

JORGE PONTIN

OSCAR GONZALEZ

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. Organización 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 4749 fue desarrollada por el Comité Técnico ISO/TC26, Cobre y sus Aleaciones y fue circulada a las Instituciones en Enero de 1987.

Ha sido aprobada por las Instituciones de los siguientes países:

ALEMANIA	HUNGRIA
AUSTRALIA	ITALIA
AUSTRIA	JAPON
BELGICA	HOLANDA
BRASIL	MEXICO
BULGARIA	NORUEGA
CANADA	POLONIA
CHINA	PORTUGAL
CHECOSLOVAQUIA	RUMANIA
COREA DEL NORTE	SUECIA
COREA DEL SUR	SUIZA
ESPAÑA	THAILANDIA
ESTADOS UNIDOS	TURQUIA
FINLANDIA	
FRANCIA	

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

AFRICA DEL SUR
CHILE

NORMA VENEZOLANA
COBRE Y SUS ALEACIONES
DETERMINACION DEL CONTENIDO DE PLOMO
METODO ESPECTROMETRICO DE ABSORCION ATOMICA
A LA LLAMA

COVENIN
2545-88
ISO 4749-1984(E)

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece el método espectrométrico de absorción atómica a la llama para la determinación del contenido de plomo de todas las aleaciones de cobre establecidas en la Norma Venezolana COVENIN 2405. El método es aplicable a la determinación de plomo como un elemento de aleación o impureza entre 0,01 y 5% (m/m). Mediante una adecuada modificación de la masa de la muestra, el límite inferior puede ser extendido a 0,002% (m/m).

2 PRINCIPIO

Se disuelve una porción de ensayo en una mezcla de ácido fluobórico-nítrico. Se aspira la solución de ensayo dentro de una llama aire-acetileno y se determina el contenido de plomo por mediciones espectrométricas de la absorción de los 217,0 nm emitidos por una lámpara de cátodo hueco de plomo.

3 REACTIVOS

Durante el ensayo, se utilizan solamente reactivos de grado analítico conocido y solamente agua destilada o de pureza equivalente.

3.1 REACTIVO DE ATAQUE. FLUOBORICO-NITRICO

Se mezclan 300 ml de solución de ácido bórico 40 g/l; 30 ml de solución de ácido fluorhídrico, 40% (v/v), 500 ml de ácido nítrico, 1,40 g/ml y 150 ml de agua.

3.2 ACIDO NITRICO, 1:1

Se diluyen con 10 ml de agua, 100 ml de ácido nítrico, 1,40 g/ml.

3.3 SOLUCION BASE DE COBRE, 20 g/l

Se transfieren 10,0 g de cobre libre de plomo ($< 0,0002\%$ de Pb) a un vaso de precipitado de politetrafluoroetileno, polietileno o polipropileno de baja presión de 600 ml. Se adicionan 400 ml de reactivo de ataque (ver punto 3.1), se calienta hasta que el cobre se disuelva y se hierve hasta que se expulsan los vapores nitrosos.

En el caso de vasos de precipitado de polietileno o polipropileno, se utiliza para calentar un baño de agua. Se deja enfriar y se transfiere la solución a un balón volumétrico de 500 ml. Se diluye hasta la marca y se mezcla.

50 ml de esta solución contiene 1 g de cobre y 40 ml de mezcla del ácido fluobórico-nítrico.

3.4 SOLUCION ESTANDAR DE PLOMO, correspondiente a 1,0 g de plomo por litro.

Se pesa lo más cercano a 0,001 g, 1,000 g de plomo (99,9% mínimo de pureza). Se transfiere a un vaso de precipitado de 250 ml.

Se adicionan 20 ml de solución de ácido nítrico (ver punto 3.2) se tapa y se calienta lentamente hasta que el plomo se disuelva. Se hierve la solución por pocos minutos para expeler los vapores nitrosos. Se deja enfriar y se transfiere la solución a un balón volumétrico de 1000 ml. Se diluye hasta la marca y se mezcla.

1 ml de esta solución estándar contiene 0,001 g de Pb.

3.5 SOLUCION ESTANDAR DE PLOMO, correspondiente a 0,1 g de Pb por litro.

Se pipetea 25,0 ml de la solución estándar de plomo (ver punto 3.4) a balón volumétrico de 250 ml.

Se diluye hasta la marca y se mezcla.

1 ml de esta solución estándar contiene 0,1 g de Pb.

4 EQUIPOS

Equipos de uso diario en el Laboratorio y

4.1 VASOS DE PRECIPITADO DE POLITETRAFLUOROETILENO, polietileno o polipropileno de capacidad igual a 250 y 600 ml.

4.2 ESPECTROMETRO DE ABSORCION ATOMICA, EQUIPADO CON UN QUENADOR DE AIRE-ACETILENO

4.3 LAMPARA CON CATODO HUECO DE PLOMO

4.4 SUMINISTRO DE AIRE COMPRIMIDO

4.5 CILINDRO DE ACETILENO

5 MUESTRA

5.1 MUESTRA DE ENSAYO

La muestra de ensayo debe ser preferiblemente en forma de virutas obtenidas por laminación o taladrado con un espesor máximo de 0,3 mm.

TABLA 1
CONTENIDO DE PLOMO MENOR QUE 0,2% (m/m)

SOLUCION ESTANDAR DE PLOMO (VER PUNTO 3.5) ml	MASA DE PLOMO mg	SOLUCION BASE DE COBRE (VER PUNTO 3.3) ml	MASA DE COBRE g	CONTENIDO DE PLOMO CORRESPONDIENTE A LA MUESTRA %
0*	0	50	1	0
1	0,1	50	1	0,0
2	0,2	50	1	0,0
5	0,5	50	1	0,05
7	0,7	50	1	0,07
10	1,0	50	1	0,10
15	1,5	50	1	0,15
20	2,0	50	1	0,20

* Reactivos para calibración en ensayo en blanco.

TABLA 2
CONTENIDO DE PLOMO ENTRE 0,1 Y 1% (m/m)

SOLUCION ESTANDAR DE PLOMO (VER PUNTO 3.5) ml	MASA DE PLOMO mg	SOLUCION BASE DE COBRE (VER PUNTO 3.3) ml	MASA DE COBRE g	CONTENIDO DE PLOMO CORRESPONDIENTE A LA MUESTRA %
0*	0	10	0,2	0
1	0,1	10	0,2	0,05
2	0,2	10	0,2	0,10
5	0,5	10	0,2	0,25
7	0,7	10	0,2	0,35
10	1,0	10	0,2	0,50
15	1,5	10	0,2	0,75
20	2,0	10	0,2	1,00

* Reactivos para calibración en ensayo en blanco.

TABLA 3
CONTENIDO DE PLOMO ENTRE 0,5 Y 5% (m/m)

SOLUCION ESTANDAR DE PLOMO (VER PUNTO 3.5)	MASA DE PLOMO	SOLUCION BASE DE COBRE (VER PUNTO 3.3)	MASA DE COBRE	CONTENIDO DE PLOMO CORRES- PONDIENTE A LA MUESTRA
ml	mg	ml	g	%
0*	0	2	0,04	0
1	0,1	2	0,04	0,25
2	0,2	2	0,04	0,50
5	0,5	2	0,04	1,25
7	0,7	2	0,04	1,75
10	1,0	2	0,04	2,5
15	1,5	2	0,04	3,75
20	2,0	2	0,04	5,00

* Reactivos para la calibración en ensayo en blanco.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 PORCION DE ENSAYO

Se pesa lo más cercano a 0,001 g, 1 g de muestra para ensayo (ver punto 5.1).

6.2 CONSTRUCCION DE LA CURVA DE CALIBRACION

Se construye una curva de calibración cada vez que se ensaya una serie de muestras.

6.2.1 Preparación de soluciones estándar de comparación

Se introduce el volumen de la solución estándar de plomo (ver punto 3.5) y solución base de cobre (ver punto 3.3), según se indica en las tablas 1, 2 ó 3, dependiendo del contenido de plomo esperado, en cada uno de la serie de ocho balones volumétricos de 100 ml. Se diluye hasta la marca y se mezcla.

NOTAS:

1) El rango de soluciones estándar de comparación es adecuado para la mayoría de los modelos de equipos.

El rango y condiciones operativas se deben seleccionar para mediciones óptimas según el equipo disponible.

2) La presencia de cobre u ácido atacante en las soluciones estándar de comparación se compensa por la interacción química de estas especies.

3) La longitud de onda del plomo de 217,0 nm es la línea más sensitiva y por lo tanto favorece la determinación de bajos contenidos de plomo, hasta aproximadamente 20 μ g de Pb por mililitro.

La longitud de onda del plomo de 283,3 nm es menos sensitiva y se prefiere para contenidos mayores de plomo, hasta aproximadamente 60 μ g de plomo por mililitro.

6.2.2 Ajuste del Equipo

Se ajusta dentro del equipo la lámpara con cátodo hueco de plomo (ver punto 4.3), se activa la corriente y se deja estabilizar. Se ajustan la corriente, la sensitividad y la abertura de acuerdo a las características del equipo. Se ajustan la longitud de onda en la región de 217,0 nm para absorción mínima y la presión del aire y acetileno de acuerdo a las características del quemador.

6.2.3 Mediciones espectrométricas

Se aspiran en sucesión de la llama las series de soluciones estándar de comparación (ver punto 6.2.1) y se mide la absorción de cada una. Se debe mantener una velocidad de aspiración constante para la construcción de la curva de calibración. Se rocía agua a través del quemador después de cada medición.

6.2.4 Construcción de la curva

Se construye una curva teniendo como abscisa las masas en miligramos de plomo contenido en 100 ml de las soluciones estándar de comparación y como ordenada los correspondientes valores de la absorción medida, reducida por el valor de la absorción medida en el ensayo en blanco sobre reactivos para calibración (ver punto 6.2.1, término 0).

6.3 DETERMINACION

6.3.1 Preparación de la solución de ensayo

Se transfiere la porción de ensayo (ver punto 6.1) a un vaso de precipitado de 250 ml de politetrafluoretileno, polietileno o polipropileno (ver punto 4.1) y se tapa. Se adicionan 40 ml del reactivo de ataque (ver punto 3.1). Se tapa y se calienta lentamente hasta que la muestra se disuelva, luego se calienta a una temperatura de aproximadamente 90°C hasta que se hayan expulsado los vapores marrones. Si se utilizan vasos de precipitado de polietileno o polipropileno, se debe realizar el calentamiento en un baño de agua. Se lavan la tapa y las paredes del vaso de precipitado y se deja enfriar. Se transfiere la solución a un balón volumétrico de 100 ml, se diluye hasta la marca y se mezcla.

Se selecciona una alícuota de la solución de ensayo de acuerdo al contenido de plomo esperado y se prepara una dilución en un balón volumétrico, según se indica en la tabla 4.

TABLA 4. DILUCION

CONTENIDO DE PLOMO	ALICUOTA DE SOLUCION DE ENSAYO (VER PUNTO 6.3.1)	VOLUMEN FINAL DE LA SOLUCION DI- LUIDA	RELACION DE DILU- CION
% (m/m)	ml	ml	$\sqrt{D}$
0,01 a 0,2	muestra total	---	1
0,1 a 1,0	20,0	100	5
0,5 a 5,0	20,0	500	25

NOTAS:

1) Si la porción de ensayo no contiene sílice, se puede disolver en una mezcla de ácidos clorhídrico y nítrico. Para 1 g de muestra, se adicionan 5 ml de ácido clorhídrico, 1,19 g/ml y 10 ml de ácido nítrico, 1,40 g/ml, diluido 1:1. La solución base de cobre (ver punto 3.3) se debe preparar con esta mezcla de ácidos para obtener las correspondientes soluciones estándar de comparación.

2) Si se desean determinar contenidos de plomo del 0,01% (m/m) hasta 0,002% (m/m) se puede utilizar una porción de ensayo de 5 g. En todos los casos es necesario tener presente las mismas cantidades de cobre y ácido tanto en las soluciones estándar de comparación como en las soluciones de ensayo.

6.3.2 Mediciones Espectrométricas6.3.2.1 Medición preliminar

Se realiza una medición preliminar sobre la solución de ensayo (ver punto 6.3.1) siguiendo el procedimiento especificado en el punto 6.2.3 al mismo tiempo que la medición espectrométrica se realiza sobre las soluciones estándar de comparación (ver punto 6.2.1).

Se calcula a partir de la curva de calibración (ver punto 6.2.4) la concentración aproximada de plomo en 100 ml de la solución de un ensayo (ver punto 6.3.1).

6.3.2.2 Medición en uniones

Se realiza una segunda medición sobre la solución de ensayo (ver punto 6.3.1) siguiendo el procedimiento especificado en el punto 6.2.3, mediante unión entre dos soluciones estándar de comparación de composición similar a la de las soluciones estándar de comparación (ver punto 6.2.1), pero teniendo contenidos de plomo que difieren en incrementos más pequeños.

Se preparan estas soluciones estándar de comparación siguiendo el procedimiento especificado en el punto 6.2.1, se utilizan cantidades adecuadas de solución estándar de plomo (ver punto 3.5).

6.4 ENSAYO EN BLANCO

Se realiza un ensayo en blanco al mismo tiempo que la determinación, se sigue el mismo procedimiento y se utilizan las mismas cantidades de reactivos que para la determinación, pero omitiendo la porción de ensayo.

7 EXPRESION DE RESULTADOS

7.1 CONCENTRACION DE LA SOLUCION DE ENSAYO

La concentración de plomo C, expresada en miligramos de plomo por 100 ml de solución de ensayo, se calcula por la fórmula:

$$C = C1 + (C2 - C1) \frac{A0 - A1}{A2 - A1}$$

Donde:

C1 es la concentración de la solución estándar de comparación, de menor concentración utilizada para la medición de unión (ver punto 6.3.2.2), expresada en miligramos de plomo por 100 ml.

C2 es la concentración de la solución de comparación de mayor concentración, utilizada para la medición de unión (ver punto 6.3.2.2), expresada en miligramos de plomo por 100 ml.

A0 es el valor de absorción correspondiente a la solución de ensayo (ver punto 6.3.1).

A1 es el valor de absorción correspondiente a la concentración C1.

A2 es el valor de absorción correspondiente a la concentración C2.

7.2 CONTENIDO DE PLOMO EN LA MUESTRA

El contenido de plomo en la muestra, expresado como un porcentaje de masa, se calcula por la fórmula:

$$\frac{C - C1}{10 m} \times 100$$

Donde:

C es la concentración de la solución de ensayo, calculada según el punto 7.1, expresada en miligramos de plomo por 100 ml.

C1 es la concentración de la solución de ensayo en blanco (ver punto 6.4), expresada en miligramos de plomo por 100 ml.

m es la masa de la porción de ensayo (ver punto 6.1), expresada en gramos.

Γ_d es la razón de dilución (ver tabla 4).

8 INFORME

El informe debe incluir lo siguientes:

- a) Identificación de la muestra.
- b) Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN 2545.
- c) Resultados y método de expresión utilizado.
- d) Cualquier característica anormal observada durante la determinación.
- e) Cualquier operación no incluida en esta Norma Venezolana o considerada como opcional.
- f) Fecha de realización del ensayo.
- g) Nombre de la persona que realizó el ensayo.



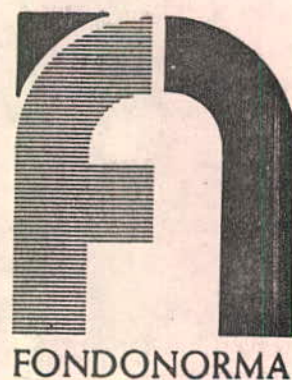
COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES

MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andres Bello Edif. Torre Fondo Comùn Piso II

CARACAS

publicación de:



IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN