
Norma Venezolana COVENIN



2598-89

**Carbón y coque. Determinación del contenido de
nitrógeno.**

CDU 662.66 . 662.749 . 669.789

ISBN 980-06-0419-7

TRAMITE

COMISION TECNICA CTXIV: CARBON
COORDINADOR: ING. INES CONDE

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

ALCASA	JOSE SANTAMARIA
CARBOZULIA	ROSA DE VAN DER REE
INZIT-CICASI	ROSANA GONZALEZ
FESILVEN	MORAIMA DE ROBINSON
SIDOR	NIEVES LEOMBRUNO

DISCUSION PUBLICA

FECHA DE ENVIO: 23-01-89

DURACION: 45 DIAS

FECHA DE APROBACION POR LA COMISION: 26-05-89

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 02-08-89

NORMA VENEZOLANA
CARBON Y COQUE. DETERMINACION
DEL CONTENIDO DE NITROGENO

COVENIN
2598-89

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 1268-82	Carbón. Toma y preparación de muestras.
COVENIN 2509-88 ISO 2309-80	Coque. Muestreo y preparación de muestras.
COVENIN 1866-81	Carbón. Determinación del contenido de humedad.
COVENIN 2508-88	Coque. Determinación del contenido de humedad total.
COVENIN 1709-81	Carbón. Análisis inmediatos y elementales. Expresión de resultados en diferentes bases.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece el método de ensayo para determinar el contenido total de nitrógeno en muestras de carbón o coque.

3 RESUMEN DEL ENSAYO

La determinación del contenido de nitrógeno se realiza por el método Kjeldahl-Gunning o el indicado en el Anexo A.

En ambos procedimientos el nitrógeno se convierte en sales de amonio mediante digestión destructiva de la muestra con una mezcla caliente catalizada de ácido sulfúrico concentrado y sulfato de potasio. Estas sales se descomponen en una solución alcalina caliente a partir de la cual el amonio se recupera por destilación y finalmente se determina por titulación acidimétrica o alcalimétrica.

4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

4.1 UNIDAD DE DIGESTION

4.1.1 Un calentador eléctrico de 500 W como mínimo o un quemador a gas de capacidad comparable.

4.1.2 El calentador debe estar provisto con medios adecuados de control para mantener la digestión según se describe desde el punto 7.1 al 7.5 (Ver nota 1)

NOTA 1: Si se utilizan calentadores eléctricos, se requiere un equipo auxiliar de control de voltaje, tal como un autotransformador para mantener las velocidades de digestión y destilación especificadas.

4.2 UNIDAD DE DESTILACION

4.2.1 Un calentador eléctrico o un quemador a gas como se describe en el punto 4.1.

4.2.2 Debe estar provista con medios adecuados de control para mantener la velocidad de destilación requerida, según se describe del punto 7.1 al 7.5.

4.3 CONDENSADOR

4.3.1 De vidrio, enfriado con agua y con una longitud de camisa mínima de 500 mm.

4.3.3 Este equipo no se requiere cuando se utiliza una rejilla de destilación.

4.4 FRASCO DE DIGESTION KJELDAHL. De vidrio resistente al fuego y con una capacidad de 500 ml u 800 ml.

4.5 BULBO DE CONEXION KJELDAHL. Tipo cilíndrico de 45 mm de diámetro por 100 mm de longitud o más largo y con tubos de entrada y salida curvos.

4.6 MATRAZ ERLLENMEYER. Con capacidad de 250 ml ó 300 ml.

4.7 TUBO DE CONEXION DE VIDRIO. De 10 mm de diámetro externo por 200 mm de longitud.

4.8 TUBERIA DE GOMA. Piezas cortas.

5 REACTIVOS

5.1 PUREZA DE LOS REACTIVOS

Se deben utilizar reactivos de grado analítico.

5.2 AGUA

Se debe utilizar agua destilada y libre de materia orgánica.

5.3 SOLUCION ALCALINA

5.3.1 Se disuelven en agua 8,0 g de sulfuro de potasio, (K_2S) y 500 g de hidróxido de sodio ($NaOH$) y se diluye hasta 1 litro.

5.3.2 Estos reactivos se pueden sustituir por cantidades apropiadas de sulfuro de sodio (Na_2S) o hidróxido de potasio (KOH) (Ver Nota 2 (3))

5.4 ALCOHOL ETILICO (95%)

5.5 MERCURIO, metal

NOTA 2: Otros catalizadores permisibles y satisfactorios para la digestión, conjuntamente con las cantidades requeridas de sulfuro de potasio. (K_2SO_4) son los siguientes:

(1) Cinco gramos de una mezcla que contiene 32 partes en peso de K_2SO_4 , 5 partes en peso de sulfato mercurico ($HgSO_4$) y 1 parte en peso de Selenio.

- (2) Tres décimas de gramos de selenito mercurico (HgSeO_3) y de 7 a 10 g de K_2SO_4 .
- (3) Tres décimas de gramo de selenito cúprico dihidratado ($\text{CuSeO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) y de 5 a 10 g de K_2SO_4 . Cuando se utiliza esta mezcla, no es necesaria la adición de sulfuro a la solución alcalina.

5.6 PERMANGANATO DE POTASIO (KMnO_4). Cristales.

5.7 SULFATO DE POTASIO (K_2SO_4). Cristales.

5.8 SACAROSA

5.9 ACIDO SULFURICO (H_2SO_4). Concentrado.

5.10 CINC, esponjoso o granular.

5.11 SOLUCION INDICADORA DE ROJO DE METILO (0,4 a 1 g/l)

Se disuelven de 0,04 a 0,1 g de rojo de metilo en 50 ml de alcohol etílico al 95% o en alcohol metílico y se adicionan 50 ml de agua.

5.12. SOLUCION ESTANDAR DE HIDROXIDO DE SODIO (0,1 a 0,2 N)

Se prepara y se estandariza una solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0,1 a 0,2 N contra un estándar primario.

5.13 ACIDO SULFURICO (0,2N). Se prepara y se estandariza una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,2 N. La solución no necesita ser estandarizada contra un estándar primario.

6 PREPARACION DE LA MUESTRA

6.1 La muestra a ensayar consiste en carbón o coque pulverizado preparados según las Normas Venezolanas COVENIN 1268 ó 2509, que pase el cedazo COVENIN 250 μm (No. 60)

6.2 Se le determina humedad a la muestra según las Normas Venezolana COVENIN 1866 ó 2508.

6.3 Se pesa en un platillo de pesada 1 g de muestra (con una precisión de 1 mg).

6.4 En el caso de coque o antracita, la muestra se debe triturar hasta pasar el cedazo COVENIN 75 μm (No. 200) o un cedazo de menor abertura.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Se transfiere cuidadosamente la muestra a un frasco Kjeldahl de 500 u 800 ml que contenga de 7 a 10 g de sulfato de potasio (K_2SO_4) y de 0,6 a 0,8 g de mercurio metálico. (Ver nota 2).

7.2 Se adicionan 30 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) a la mezcla, vertiéndolos alrededor del cuello del frasco Kjeldahl, para arrastrar cualquier material que haya quedado adherido a las paredes del frasco.

7.3 Se agita el contenido del frasco varias veces para asegurar el mezclado completo de la muestra. Se inclina el frasco con un ángulo de 45 a 60 grados, sobre el calentador de digestión en una campana de extracción (ver nota 3) y se calienta el contenido hasta ebullición, controlando la entrada de calor de tal forma que los vapores de ácido sulfúrico (H_2SO_4) se condensen y no sobrepasen la mitad de la altura del cuello del frasco (ver Nota 3).

NOTA 3: Cuando no se dispone de ductos o cubiertas para escapes de humos, se puede insertar un tubo Hengar en el cuello del frasco.

7.4 Se continúa la ebullición hasta que todas las partículas de la muestra estén oxidadas, lo que se evidencia por una solución prácticamente incolora o por lo menos 2 h después que la solución ha alcanzado una etapa de coloración amarillenta.

7.5 Se requiere un tiempo total de digestión de 3 a 6 h, excepto en el caso de coque y antracita que se requieren de 12 a 16 h (Ver Nota 4). Cuando se completa la digestión y se ha enfriado la solución, se deben añadir unos cristales de permanganato de potasio ($KMnO_4$) para asegurar una oxidación completa, puede ser necesario un calentamiento posterior para destruir el exceso de permanganato y decolorar la solución.

NOTA 4: Para reducir el tiempo de digestión del coque se recomienda la adición de 0,1 g de anhídrido crómico (CrO_2) a la mezcla de digestión.

7.6 Se diluye a 300 ml con agua fría la mezcla de digestión manteniéndola en un baño de agua fría para disipar el calor de dilución. Mientras tanto se transfieren con una pipeta 20,0 ml de H_2SO_4 0,2 N a un matraz Erlenmeyer de 250 ó 300 ml y se adicionan 6 gotas de rojo de metilo o una solución indicadora de verde de bromocresol.

7.7 Se fija el tubo de conexión de vidrio al extremo de carga del condensador, utilizando un pedazo corto de tubería de goma como sello. Se inclina el matraz Erlenmeyer con ángulo adecuado y se inserta el tubo de tal forma que el extremo esté sumergido hasta la máxima profundidad en el ácido.

7.8 Se adicionan de 1 a 2 g de cinc granular a la mezcla en el frasco Kjeldahl (2 ó 3 pedazos pequeños si se utiliza cinc esponjoso) y 100 ml de la solución alcalina de tal forma que se separen en dos capas, donde la capa superior debe ser la solución ácida. Esto se puede lograr mediante la inclinación del frasco con un ángulo entre 45 y 60 grados y vertiendo la solución alcalina por el cuello hacia abajo. Esta operación puede conducir a pérdidas de amonio si no se mantienen capas separadas.

7.9 Se conecta rápidamente el frasco al condensador de destilación a través del; bulbo de conexión del frasco Kjeldahl y se agita el contenido para lograr una mezcla completa.

7.10 Se lleva cuidadosamente a ebullición el contenido del frasco Kjeldahl, para evitar saltos violentos y luego se destila en el matraz Erlenmeyer el amoniaco dentro de la solución ácida.

Se continúa la destilación a una velocidad máxima de aproximadamente 350 ml/h hasta que se hayan recolectado de 150 a 175 ml de destilado.

7.11 Se suspende la ebullición y se retira el tubo de conexión de vidrio del condensador y matraz Erlenmeyer.

7.12 Se enjuaga el tubo con agua destilada, se recolectan los lavados en el matraz Erlenmeyer y se titula el exceso de ácido con solución de hidróxido de sodio (NaOH) de 0,1 a 0,2 N.

7.13 Se realiza una determinación en blanco de la misma forma como se describió arriba, utilizando aproximadamente 1 g de sacarosa como muestra. (Ver nota 5).

NOTA 5: Se deben realizar determinaciones en blanco para corregir el Nitrógeno de fuentes diferente a la muestra y cuando se utilice un nuevo lote de reactivos en el análisis.

8 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de Nitrógeno se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$N = \frac{0,014 (B - A)N_s}{m} \times 100$$

Donde:

N = Contenido de Nitrógeno elemental expresado en porcentaje.

B = Volumen de solución de hidróxido de sodio (NaOH) (0,1 a 0,2 N) requerido para la titulación del blanco, expresado en ml.

A = Volumen de solución de hidróxido de sodio (NaOH) (0,1 a 0,2 N) requerido para la titulación de la muestra, expresado en ml.

N_s = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio (NaOH).

m = Cantidad de muestra utilizada, expresada en g.

0,014 = Factor de conversión.

9 INFORME

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

9.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN 2598.

9.2 Fecha de realización del ensayo.

9.3 Nombre de la persona que realizó el ensayo.

9.4 Identificación de la muestra.

9.5 Contenido de humedad en la muestra, expresado en porcentaje.

9.6 Contenido de Nitrógeno, expresado en porcentaje en base seca.

10 PRECISION

Las diferencias permisibles entre dos o más determinaciones no deben exceder de los siguientes valores:

REPETIBILIDAD %	REPRODUCIBILIDAD %
0,05	-----

BIBLIOGRAFIA

ASTM D 3179-73 STANDARD TEST METHODS FOR NITROGEN IN THE ANALYSIS SAMPLE OF COAL AND COKE. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. 1978. ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS. PART 26. EDITED BY ASTM. EASTON, MD. USA.

ANEXO A

METODO ALTERNO

A.1 REACTIVOS

A.1.1 Solución de ácido bórico (50g/l).

Se disuelven 5 g de ácido bórico (H_3BO_3) en 100 ml de agua hirviendo. Se deja enfriar antes de usarla.

A.1.2 Mezcla de solución indicadora

Se prepara una solución que contenga 0,125% de rojo de metilo y 0,083% de azul de metileno en alcohol etílico 95% o en alcohol metílico. Se prepara una solución fresca a intervalos bimensuales.

A.1.3 Acido sulfúrico (0,1 a 0,2 N)

Se prepara una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) de 0,1 a 0,2 N y se estandariza contra un estandar primario. Se puede sustituir por ácido clorhídrico (HCl) de concentración similar.

A.2 PROCEDIMIENTO

A.2.1 Se digiere la muestra como se describe del punto 7.1 al 7.5.

A.2.2 Se diluye y se enfría la mezcla de digestión como se describe del punto 7.6 al 7.10. Se adicionan 20 ml de solución de ácido bórico (H_3BO_3) y 6 gotas de solución indicadora al frasco Erlenmeyer y se procede como se describe en el contenido de los puntos 7.6 al 7.10.

A.2.3 Se destila el amoníaco dentro de la solución de ácido bórico (H_3BO_3) exactamente como se describe en los puntos 7.10 al 7.12 y luego se titula el amoníaco con el ácido sulfúrico (H_2SO_4) estandarizado.

A.2.4 Se realiza una determinación en blanco como se describió en el punto 7.13, utilizando 1 g de sacarosa como muestra. (Ver Nota 5).

A.3 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de Nitrógeno se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$$N = \frac{0,014 (A - B) Na}{m} \times 100$$

Donde:

N = Contenido de nitrógeno elemental en la muestra, expresado en porcentaje.

A = Volumen de solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) estandarizado requerido para la titulación de la muestra, expresado en ml.

B = Volumen de solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) estandarizado requerido para la titulación del blanco, expresado en ml.

Na = Normalidad del ácido sulfúrico (H_2SO_4).

m = cantidad de muestra utilizada, expresada en g.

0,014 = Factor de conversión.

A.4 INFORME

Ver punto 9.



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