
Norma Venezolana COVENIN



2543-88

ISO 5960-84

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

C.D.U. 669.35 : 543.442 : 546.48

ISBN 980-06-0332-8

PROLOGO

La presente norma es una adopción textual de la ISO 5960-84 Copper alloys.
Determination of cadmium content. Flame atomic absorption spectrometric method.-

TRAMITE

COMITE TECNICO CTB: MATERIALES METALICOS NO FERROSOS
PRESIDENTE: ING. LEOPOLDO QUINTERO
VICEPRESIDENTES: ING. LUIS ROMERO
 ING. JULIO VELASCO
SECRETARIO: ING. INES CONDE
SUBCOMITE TECNICO CTB/SC2: COBRE Y SUS ALEACIONES
COORDINADOR: ING. INES CONDE

PARTICIPANTES

<u>ENTIDAD</u>	<u>REPRESENTANTE</u>
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 representando 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 596Q fue desarrollada por el Comité Técnico ISO/TC26, Cobre y sus Aleaciones y fue circulada a las Instituciones en Mayo de 1982.

Ha sido aprobada por las Instituciones de los siguientes países:

AFRICA DEL SUR	IRAN
ALEMANIA	ITALIA
AUSTRIA	JAPON
BELGICA	MEXICO
CANADA	NORUEGA
CHINA	POLOIA
CHECOSLOVAQUIA	RUMANIA
COREA DEL NORTE	SUECIA
COREA DEL SUR	SUIZA
ESPAÑA	U.R.S.S.
ESTADOS UNIDOS	
FINLANDIA	
FRANCIA	
HUNGRIA	

El Instituto miembro del siguiente país expresó su desaprobación al documento por razones técnicas:

AUSTRALIA

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

COVENIN
2543-88
ISO 5960-84 (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 cadmio de aleaciones de cobre que contienen cadmio según se establece en la Norma Venezolana COVENIN 2405. El método es aplicable a productos que tienen un contenido de cadmio entre 0,0005 y 2,0% (m/m).

2 PRINCIPIO

Se disuelve una porción de ensayo en una mezcla de ácido nítrico-fluorobórico. Después de una dilución adecuada, se aspira la solución de ensayo en una llama de aire-acetileno y se determina el contenido de cadmio mediante una medición espectrométrica de absorción de la línea 228,8 nm emitida por una lámpara de cátodo hueco de cadmio.

3 REACTIVOS

Durante el ensayo, a menos que se especifique lo contrario, se utilizan solamente reactivos de grado analítico conocido y solamente agua destilada o de pureza equivalente.

3.1 ACIDO NITRICO-FLUOBORICO. Reactivo de ataque.

Se mezclan juntos 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 (1,4g/ml) y 150 ml de agua.

3.2 SOLUCION BASE DE COBRE, 20g/l

Se transfieren 20,0 g de cobre libre de cadmio a un vaso de precipitado de 100 ml de politetrafluoretileno, polipropileno o polietileno de baja presión. Se adicionan 800 ml del reactivo de ataque (ver punto 3.1), se calienta hasta que el cobre se disuelva, luego se hierve hasta que los vapores nitrosos hayan sido expulsados. En el caso de vasos de precipitado de polietileno o polipropileno, se utiliza un baño caliente para el calentamiento. Se deja enfriar y se transfiere la solución a un balón volumétrico de 1000 ml. Se diluye hasta la marca y se mezcla.

50 ml de esta solución contienen 1 g de cobre y 40 ml de la mezcla de ácido nítrico-fluorobórico (ver punto 3.1).

3.3 SOLUCION ESTANDAR DE CADMIO, correspondiente a 1000 g de Cd por litro.

Se pesa con una precisión de 0,0001 g, 1,000 g de metal de Cd (pureza $\geq 99,99\%$). Se transfiere a un vaso de precipitado de 250 ml. Se adicionan 10 ml de agua y 5 ml de ácido nítrico, ρ 1,4g/ml. Se cubre y se calienta lentamente (si es necesario) hasta que se disuelva el metal de cadmio.

Se hierve lentamente hasta que los vapores nitrosos hayan sido expulsados y se deja enfriar. 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 1 mg de Cd.

3.4 SOLUCION ESTANDAR DE CADMIO, correspondiente a 0,050 g de Cd por litro.

Se colocan 50,0 ml de la solución estándar de cadmio (ver punto 3.3) en un balón volumétrico de 1000 ml. Se diluye hasta la marca y se mezcla.

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

3.5 SOLUCION ESTANDAR DE CADMIO, correspondiente a 0,005 g de Cd por litro.

Se colocan 100,0 ml de la solución estándar de cadmio (ver punto 3.4) en un balón volumétrico de 1000 ml. Se diluye hasta la marca y se mezcla.

1 ml de esta solución estándar contiene 5 μ g de Cd.

4 EQUIPOS

Equipos de uso normal en el laboratorio y

4.1 VASOS DE PRECIPITADO DE POLITETRAFLUORETILENO, POLIPROPILENO O POLIETILENO, de capacidad 250 ml

4.2 BURETA. Graduada en 0,05 ml.

4.3 ESPECTROMETRO DE ABSORCION ATOMICA. Equipado con un quemador de aire - acetileno.

4.4 LAMPARA DE CATODO HUECO DE CADMIO

4.5 SUPLIDOR DE AIRE COMPRIMIDO

4.6 CILINDRO DE ACETILENO

5 MUESTREO

5.1 MUESTRA DE ENSAYO

La muestra de ensayo debe ser en forma de virutas obtenidas por fresado o taladrado, con un espesor máximo de 0,5 mm.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 PORCION DE ENSAYO

Se pesa con una precisión de 0,0001 g, cerca de 1 g de la muestra de ensayo (ver punto 5.1).

6.2 ELABORACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

Se elabora una curva de calibración cada vez que se analiza una serie de muestras.

6.2.1 Preparación de soluciones estándar de comparación.

Se introducen en cada uno de una serie de balones volumétricos de 100 ml, los volúmenes de la solución estándar de cadmio (ver puntos 3.4 ó 3.5) y solución base de cobre (ver punto 3.2) según se indica en las tablas 1, 2 ó 3, dependiendo del contenido de cadmio esperado. Se diluye hasta la marca y se mezcla.

TABLA 1. CONTENIDO DE CADMIO ENTRE 0,0005 Y 0,1% (m/m)

SOLUCION ESTANDAR DE CADMIO		CONTENIDO DE MASA DE CADMIO	SOLUCION BASE DE COBRE (VER PUNTO 3.2)	CONTENIDO DE MASA DE COBRE	CONTENIDO DE CADMIO CORRESPONDIENTE A LA MUESTRA
(VER PUNTO 3.5) ml	(VER PUNTO 3.4) ml				
		mg	ml	g	% (m/m)
0*	--	0	50	1	0
1	--	0,005	50	1	0,0005
2	--	0,01	50	1	0,001
6	--	0,03	50	1	0,003
10	--	0,05	50	1	0,005
15	--	0,075	50	1	0,0075
20	--	0,10	50	1	0,010
--	6	0,30	50	1	0,030
--	10	0,5	50	1	0,050
--	15	0,75	50	1	0,075
--	20	1,0	50	1	0,100

* Ensayo en blanco en reactivos para curva de calibración.

TABLA 2. CONTENIDO DE CADMIO ENTRE 0,05 Y 1% (m/m)

SOLUCION ESTANDAR DE CADMIO (VER PUNTO 3.4) ml	CONTENIDO DE MASA DE CADMIO mg	SOLUCION BASE DE COBRE (VER PUNTO 3.2) ml	CONTENIDO DE MASA COBRE g	CONTENIDO DE CADMIO CORRESPONDIENTE A LA MUESTRA % (m/m)
0*	0	5	0,1	0
1	0,05	5	0,1	0,05
2	0,10	5	0,1	0,1
6	0,3	5	0,1	0,3
10	0,5	5	0,1	0,5
15	0,75	5	0,1	0,75
20	1,0	5	0,1	1,0

* Ensayo en blanco en reactivos para curva de calibración.

TABLA 3. CONTENIDO DE CADMIO ENTRE 0,5 Y 2,0% (m/m)

SOLUCION ESTANDAR DE CADMIO (VER PUNTO 3.4) ml	CONTENIDO DE MASA DE CADMIO mg	SOLUCION BASE DE COBRE (VER PUNTO 3.2) ml	CONTENIDO DE MASA DE COBRE g	CONTENIDO DE CADMIO CORRESPONDIENTE A LA MUESTRA % (m/m)
0*	0	2,5	0,05	0
5	0,25	2,5	0,05	0,5
10	0,5	2,5	0,05	1,0
15	0,75	2,5	0,05	1,5
20	1,0	2,5	0,05	2,0

* Ensayo en blanco en reactivos para curva de calibración.

NOTAS:

- 1) El rango de las soluciones estándar de comparación es adecuado para la mayoría de los modelos de equipos de rendimiento promedio. Se deben seleccionar el rango y condiciones de operación para la medición óptima por el equipo disponible.
- 2) La presencia de cobre y ácido de ataque en las soluciones estándar de comparación compensa los efectos de interacción química de estas muestras.

6.2.2 Ajuste del equipo

Se ajusta la lámpara de cátodo hueco de cadmio (ver punto 4.4) dentro del equipo (ver punto 4.3), se pasa la corriente y se deja estabilizar. Se ajustan la corriente, la sensibilidad y la abertura de la ranura según las características del equipo. Se ajusta la longitud de onda en la región de 228,8 nm para absorbancia mínima.

Se ajusta la presión del aire y del acetileno según las características del quemador aspirador.

6.2.3 Mediciones Espectrométricas

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

6.2.4 Representación gráfica de la curva de calibración

Se construye un gráfico teniendo por abscisa por ejemplo, las masas, en miligramos, del contenido de cadmio en 100 ml de la solución estándar de comparación y como ordenada los valores correspondientes de la absorción medida en el ensayo en blanco sobre reactivos para la curva de calibración (ver punto 6.2.1, límite 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 politetrafluoretileno, polipropileno o polietileno de baja densidad de 250 ml (ver punto 4.1).

Se adicionan 40 ml del reactivo de ataque (ver punto 3.1). Se cubre con un vidrio de reloj y se calienta lentamente hasta que se disuelva la muestra, posteriormente se calienta a una temperatura cercana a 90°C hasta que los vapores nitrosos se hayan expulsados. Se lavan la cubierta y los lados del vaso de precipitado y se deja enfriar.

6.3.1.1 Contenido de cadmio entre 0,0005 y 0,1% (m/m).

Se transfiere la solución de ensayo (ver punto 3.1) a un balón volumétrico de 1000 ml, se diluye hasta la marca y se mezcla.

6.3.1.2 Contenido de cadmio entre 0,05 y 1% (m/m).

Se transfiere la solución de ensayo (ver punto 6.3.1) a un balón volumétrico de 1000 ml, se diluye hasta la marca y se mezcla.

6.3.1.3 Contenido de cadmio entre 0,5 y 2% (m/m).

Se transfiere la solución de ensayo (ver punto 6.3.1) a un balón volumétrico de 2000 ml, se diluye hasta la marca y se mezcla.

6.3.2 Mediciones Espectrométricas

6.3.2.1 Medición preliminar

Se realiza una medición preliminar sobre la solución de ensayo (ver punto 6.3.1) siguiendo el procedimiento descrito en el punto 6.2.3, simultáneamente se realizan mediciones espectrométricas sobre las soluciones estándar de comparación (ver punto 6.2.1).

Se calcula de la curva de calibración (ver punto 6.2.4), la concentración de cadmio en 100 ml de la solución de ensayo (ver punto 6.3.1).

6.3.2.2 Mediciones de uniones

Se realiza una segunda medición sobre la solución de ensayo (ver punto 6.3.1) siguiendo el procedimiento descrito en el punto 6.2.3 por uniones entre dos soluciones estándar de comparación similar a las soluciones estándar de comparación (ver punto 6.2.1), pero con contenidos de cadmio que difieren en incrementos menores. Se sigue el procedimiento descrito en el punto 6.2.1, para preparar estas soluciones estándar de comparación, se utilizan cantidades adecuadas de soluciones estándar de cadmio (ver puntos 3.4 ó 3.5).

6.4 ENSAYO EN BLANCO

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

6.5 ENSAYO DE CHEQUEO

Se realiza un chequeo preliminar del equipo mediante la preparación de una solución estándar de material o de una muestra sintética que contenga una cantidad conocida de cadmio, de composición similar al material a ser analizado y se realiza el procedimiento como se describe del punto 6.1 al 6.4.

7 EXPRESION DE RESULTADOS

7.1 CONCENTRACION DE LA SOLUCION DE ENSAYO

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

$$C = C_1 + (C_2 - C_1) \frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1}$$

donde:

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

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

A0 es el valor de absorción correspondiente a la concentración de 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 CADMIO EN LA MUESTRA

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

$$\frac{C - C3}{10 \text{ m}} \times \sqrt{D}$$

donde:

C es la concentración de la solución de ensayo (ver punto 6.3.1) y se calcula según el punto 7.1, expresada en miligramos de cadmio por 100 ml.

C3 es la concentración de la solución de ensayo en blanco (ver punto 6.4) expresada en miligramos de cadmio por 100 ml.

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

$\sqrt{D}$ es la relación entre el volumen de la solución de ensayo (ver punto 6.3.1) y las soluciones estándar de comparación (ver punto 6.2.1).

8 INFORME

El informe debe incluir lo siguiente:

- Identificación de la muestra.
- Referencia del método utilizado.
- Resultados y métodos de expresión utilizado.
- Cualquier característica no usual observada durante la determinación.
- Cualquier operación no incluida en esta norma o considerada como opcional.
- Fecha de realización del ensayo.
- Nombre de la persona que realizó el ensayo.
- Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN 2543.



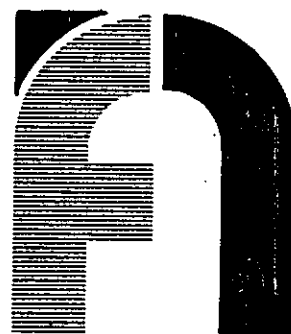
COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES

MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andres Bello Edif. Torre Fondo Común Piso II

CARACAS

publicación de:



FONDONORMA

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN