

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

ACERO Y HIERRO FUNDIDO. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE SILICIO. METODO ESPECTROFOTOMETRICO MEDIANTE EL COMPLEJO AZUL DE MOLIBDENO

Steel and cast iron. Determination of silicon content.
Spectrophotometric method by the molybdenum blue complex

ICS: 77.140.80

1. Edición Noviembre 2002

REPRODUCCION PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.
Teléf.: 830-0835 Fax: (537) 33-8048 E-mail: nc@ncnorma.cu

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencias de consenso.

Esta norma cubana:

- Ha sido elaborada por el NC/CTN 69 Ensayos mecánicos de metales en el cual están representadas las entidades siguientes:
 - Centro de Investigaciones Metalúrgicas (CIME)
 - Empresa Siderúrgica Antillana de Acero
 - Empresa Mecánica "E. Varona"
 - Empresa Planta Herraje
 - Empresa " Sergio Glez "
 - Unidad Docente Metalúrgica (UDM)
 - Empresa de Mantenimiento a Centrales Eléctricas(EMCE)
 - Centro de Tecnología y Calidad (CTEC)
 - Oficina Nacional de Normalización

- Sustituye a la NC 04-57:1989 – Ensayo de materiales. Acero. Determinación Fotométrica de Silicio.

© NC, 2002

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por alguna forma o medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias o microfilmes, sin el permiso previo escrito de:

Oficina Nacional de Normalización (NC).

Calle E No. 261 Ciudad de La Habana, Habana 3. Cuba.

Impreso en Cuba

**ACERO Y HIERRO FUNDIDO. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE SILICIO.
METODO ESPECTROFOTOMETRICO MEDIANTE EL COMPLEJO AZUL DEL MOLIBDENO**

1 Objeto

Esta norma especifica los métodos espectrofotométricos para la determinación de silicio en acero y en el hierro fundido con un alcance que abarca desde 0,01 % hasta 1 % para el acero y desde 0,03 % hasta 4 % para el hierro fundido.

2 Referencias normativas

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen disposiciones de esta norma cubana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda aquellos que analicen acuerdos sobre la base de ellas la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente. La Oficina Nacional de Normalización posee en todo momento la información sobre las normas internacionales regionales y cubanas vigentes.

- NC-21-01: 67 - Agua para análisis
- NC 21-10: 67 - Productos Químicos. Clasificación por calidades y definiciones.
- E31-85 ASTM - Silicon by sulfuric acid gravimetric. method

3 Principio

El método está basado en la formación del complejo silicio-molibdeno de color amarillo y posterior reducción con ácido ascórbico en presencia del ácido oxálico, formándose un complejo azul cuya intensidad de color se mide a una longitud de onda de 820 μm . La formación del complejo de molibdofosfato, molibdoarsenato y molibdovanadato como interferentes, se impide mediante la adición de ácido oxálico a fin de mantener alta acidez.

4 Reactivos

Los reactivos utilizados en esta norma son de calidad analíticas NC 21-10
El agua destilada utilizada es de alta calidad según norma cubana NC 21-01

4.1 HCl (d 1.19 g/ml)

4.2 HNO₃ – d(A.40 g/ml)

4.3 Molibdato de amonio . 50g/l (consérvese en frasco plástico)

4.4 Acido oxálico - 80 g/l (consérvese en frasco plástico no más de un día)

4.5 Acido ascórbico - 20 g/l (consérvese en frasco plástico por no más de un día)

4.6 Mezcla ácida

A 200 ml de ácido clorhídrico (4.1) añadirle 65 ml de ácido nítrico (4.2) y se traspasa a un matraz aforado de 1000 ml completando el enrase con agua destilada y agitando fuertemente.

4.7 Solución estándar de silicio 1000 mg/l

Pesar 7,5714g de metasilicato de sodio pentahidratado y disolverlo con agua destilada, traspasarlo a un matraz aforado de 1000 ml enrasado y agitar bien.
Normalizar por el método gravimétrico.

En tres vasos de ppt de 250 ml, transfiera alícuotas de 25 ml de la solución (4.7) y añada 30 ml de HCl (1.1) y 10 ml de ácido perclórico y proceda como indica la norma para Si gravimetría (E-31-85 ASTM).

4.7.1 Solución estándar de silicio 25 mg/l

Tome una alícuota de 10 ml de la solución estándar de silicio 1000 mg/l (4.7) y traspasarlo a un matraz aforado de 100 ml. De esta solución tome una alícuota de 25 ml y transferirla a un matraz aforado de 100 ml. Enrase con agua destilada y homogenice.

4.8 Hierro metálico de alta pureza.

4.9 Muestras de referencias de acero y hierro fundido.

4.10 HCl (1:1)

4.11 (HClO₄) – d:1.67

5 Aparatos y utensilios.

- Colorímetro con filtro rojo o espectrofotómetro con una longitud de onda de 820 um
- Cubetas de 1 cm de paso de luz para ambos equipos.
- Cristalería usual de laboratorio.
- Plancha de calentamiento.
- Balanza analítica con un rango de más de 0,001g.

6 Muestreo

La muestra de ensayo será preparada en forma de virutas ó limallas libres de grasas, limpia, seca y que no este quemada.

7 Procedimiento

7.1 Preparación de la solución de ensayo

Pese 0.5g de muestra de ensayo para acero y 0.2g para hierro fundido. Transfiera la porción de ensayo a un vaso de precipitado de 250 ml se le añaden 65 ml de la mezcla ácida (4.6) y se pone a calor moderado hasta que cese la reacción y la muestra este totalmente disuelta. La parte insoluble se filtra recogiendo el filtrado en un matraz aforado de 500ml, lavando el filtrado dos o tres veces con agua caliente. A continuación se enrasa con agua destilada a temperatura ambiente y se agita bien para homogenizar.

7.2 Desarrollo del color

Se toma una alícuota de 20 ml para hierro fundido ó 25 ml para acero y se transfiere a un matraz aforado de 100 ml.

Después se le añaden los siguientes reactivos en su orden:

- 10ml de molibdato de amonio (4.3) se agita bien y se deja en reposo 10 min. La formación de un precipitado o un ligero enturbiamiento amarillo indica que el pH de la disolución es el correcto.
- 5ml de ácido oxálico (4.4) desaparece el precipitado y la solución toma un color amarillo, esperar 5min.
- 5ml de ácido ascórbico (4.5) tomando la disolución primeramente un color verdoso y después azul claro o azul intenso (de acuerdo con la concentración de silicio que tenga la muestra) Se espera aproximadamente 20 min. hasta que se alcance la estabilidad del color, siendo estable durante una hora como máximo.

7.3 Ensayo en blanco.

Corra un blanco de reactivo durante todo el procedimiento utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos sin presencia de muestra como en (7) y (7.1).

8 Preparación de las soluciones de calibración

8.1 A partir de patrones sintéticos

Empleando solución estándar de silicio (4.7.1) tome una pesada de 0.3 g de hierro metálico (4.8) y proceda de acuerdo con (7) hasta la toma de alícuotas de 25ml, transfiera las alícuotas a 6 frascos volumétricos de 100 ml y adiciónese las siguientes alícuotas de solución estándar de silicio 25 mg/ml (4.7.1) y proceda como (7.1).

8.2 Con muestras de referencia.

Tomando al menos tres muestras de referencias de distinta concentración de acero o hierro fundido y procede según (7) y (7.1).

9 Mediciones fotométricas.

Llevar a cabo las mediciones de las soluciones de ensayo, ensayo en blanco y de calibración empleando una longitud de onda de 820 μm .

9.1 Proceda a trazar una gráfica de calibración con los valores de absorbancia obtenidos para las soluciones de calibración, llevando esos valores sobre eje de las ordenadas y las concentraciones sobre eje de las abscisas.

9.2 Las concentraciones correspondientes a las soluciones de ensayo y de ensayo en blanco se calculan interpolando los correspondientes valores de absorbancia en la gráfica de calibración.

10 Cálculos

Calibración según (8.1)

10.1 Se calcula el % de silicio en las muestras según la gráfica de calibración.

$$\%Si = \frac{(A-B)}{C} * 100 \quad (9.1)$$

Donde:

A = Concentración de silicio (en mg/100) hallada en la solución de ensayo según gráfica de calibración.

B = Concentración de silicio en mg/100 ml hallada en la solución en blanco según gráfica de calibración.

C = Peso de muestra en la solución de ensayo final.

10.2 Calibración según (8.2)

$$\%Si = \frac{DM}{PD} * k \quad (9.2)$$

Donde:

DM - Absorbancia de la muestra

PD. -Absorbancia del patrón

K. % de silicio del patrón

11 Precisión de la determinación.

Los resultados serán reportados con el número de cifras significativas que corresponde a la precisión alcanzada por el método.

% Si	PRECISIÓN	APROXIMACIÓN DEL RESULTADO
0.1	0.0005-0.001	milésimas
0.1-1	0.002-0.01	milésimas y centésimas aproximadas al 1%
1-4	0.01-0.05	centésimas

Bibliografía

ISO 4821-2:88 (Silicio fotométrico)

ASTM E59:93 Práctica estándar para el muestreo de acero y hierro fundido

ASTM E31:85 Silicon by sulfuric acid gravimetric method

ASTM E350 :95 Silicon by the molybdenum blue photometric method

ISO 4829 post. 1 y 2-88 Steel and cast iron. Determination of total silicon content- Reduced molybdo silicate Spectrophotometric-method.