
NORMA CUBANA

NC

ISO 671: 2010
(Publicada por la ISO en 1982)

**HIERRO FUNDIDO Y ACERO — DETERMINACIÓN DEL
CONTENIDO DE AZUFRE — MÉTODO TITRIMÉTRICO
DESPUÉS DE LA COMBUSTIÓN
(ISO 671:1982, IDT)**

Cast Iron and steel — Determination of sulphur content — combustion titrimetric method

ICS: 77.080; 77.080.01

1. Edición Diciembre 2010
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC-ISO 671: 2010

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el NC/CTN 69 de Ensayos de Materiales Metálicos integrado por las siguientes entidades:
 - Empresa Siderúrgica “Antillana de Acero”.
 - Centro de Investigaciones Metalúrgicas (CIME).
 - Empresa Inoxidable “Enrique José Varona” (SIME).
 - Unidad Docente Metalúrgica (UDM). (CUJAE).
 - Empresa de Mantenimiento a Centrales Eléctricas (EMCE).
 - Empresa Motores Taino (SIME).
 - Instituto Superior Politécnico “José A. Echeverría (CUJAE).
 - Centro de Aplicaciones Tecnológicas y Desarrollo Nuclear (CEADEN).
 - Oficina Nacional de Normalización. (ONN).
 - Centro de investigación para la industria Minero - Metalúrgica (CIPIMM)
- Es una adopción idéntica de la norma ISO 671:1982 (E) *Steel and cast iron — Determination of sulphur content — Combustion titrimetric method*
- Sustituye a la NC 04-74:1985 Hierro Fundido y Acero. Determinación del contenido de azufre.

© NC, 2010

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

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

HIERRO FUNDIDO Y ACERO — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE AZUFRE — MÉTODO TITRIMÉTRICO DESPUÉS DE LA COMBUSTIÓN

1 Objetivo y campo de aplicación

Esta norma nacional, especifica un método mediante análisis titrimétrico por titulación para la determinación del azufre en el acero y hierro fundido, después de la combustión de una porción de ensayo en una corriente de oxígeno.

2 Referencias

NC-ISO 14284:2008 Toma de muestra y Preparación de la misma para la determinación de la composición química.

3 Principio

Combustión de una porción de ensayo a alta temperatura (1450 °C) en una corriente pura de oxígeno, si es necesario en presencia de fundente metálico. Transformación del azufre en dióxido de azufre. Absorción de los gases resultantes de la combustión, libre del polvo de óxido, mediante una disolución de sulfato de potasio y peróxido de hidrógeno.

Titulación de la solución absorbente con una disolución patrón de borato de sodio.

4 Reactivos

Durante el análisis, a menos que otra cosa sea especificada, emplear únicamente reactivos de reconocido grado analítico y emplear agua destilada o de pureza equivalente.

NOTA Verificar con ensayos en blanco que los reactivos estén libres de azufre. Los resultados serán corregidos consecuentemente.

4.1 Oxígeno, mínima pureza 99 %(v/v), libre de compuestos de sulfurosos.

4.2 Soda -Asbesto, tamaño de partícula: aproximadamente 2 mm.

4.3 Perclorato de magnesio Mg (ClO₄)₂, tamaño de partícula: aproximadamente 2 mm.

4.4 Hierro puro, de un bajo contenido de azufre conocido.

4.5 Fundentes, hierro, cobre o estaño. De un bajo contenido de azufre conocido.

4.6 Solución absorbente.

Disolver 5g de sulfato de potasio en 200 ml. de agua hervida y enfriar .Añadir 100 ml de peróxido de hidrógeno y diluir a 2500 ml con agua hervida y enfriar

4.7 Borato de sodio, disolución de referencias, correspondiente a 0.010% de azufre por 1 g/ ml de la porción de ensayo.

Pesar, lo más próximo a 0.0001g, 2.3839 g de borato de sodio, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$, Disolver en agua hervida enfriada y diluir a exactamente 2000 ml con la misma agua.

1 ml de esta disolución de referencia contiene 0.010% de azufre para 1.000 g de porción de ensayo.

Solución indicadora

Disolver 0.1g de azul de metileno y 0.3g de rojo de metilo en agua y diluir a 500 ml, con agua.

NOTA La proporción de los indicadores puede ser ajustada acorde a la sensibilidad de la vista del operador, la coloración del indicador debe ser evaluada por medio de un dispositivo óptico.

5 Aparatos

Los aparatos comunes de laboratorio y aquellos que consisten de una fuente de oxígeno y la unidad para la purificación, el horno con tubo de combustión y el sistema de absorción de dióxido de azufre. Estas diferentes partes las cuales están acopladas con tubos de conexión formando un sistema hermético, se muestran en la figura 1.

5.1 Fuente de oxígeno (A), equipado con una válvula de regulación sensible y un manómetro de presión.

5.2 Torre de secado y purificación (B), contiene asbesto sódico y perclorato de magnesio (4.3).

5.3 Rotámetro (C), capaz de medir una corriente de oxígeno de 0.2 a 3 l/min

5.4 Horno eléctrico (D), capaz de mantener el tubo de combustión (E), a 1420 °C en operación continua.

5.5 Tubo de combustión (E), material refractario capaz de asegurar la operación continua a 1450 °C. Teniendo una parte ancha de diámetro interior de 27mm y longitud de 450 mm de largo y una parte estrecha de diámetro interior de 3 mm, y longitud de 250 mm.

NOTA

1 El comienzo de la parte estrecha del tubo de combustión está situado en uno de los extremos de la zona central más caliente del horno.

2 La junta entre el tubo de combustión (E) y el grifo de salida del gas (K) en contacto con la mezcla de gases muy caliente que salen del horno debe ser enfriada, especialmente si está elaborada de goma sintética o natural. El enfriamiento debe ser tal que la temperatura de la superficie interior en contacto con la mezcla gaseosa no exceda de 40 °C

5.6 Llave de entrada de oxígeno (F)

5.7 Dispositivo de entrada de oxígeno (G), con ventanilla que permite la observación visual de la marcha de la combustión (ver fig.2 como un ejemplo).

5.8 Termo par de platino –platino rodio (H). La junta caliente está colocada cerca de la superficie externa del tubo en la zona de colocación de la navecilla y el cartucho.

La relación entre la temperatura interna de tubo (E) y las indicaciones del pirómetro deben establecerse y verificarse periódicamente.

5.9 Navecilla de material refractario (I), con un ancho de base plana capaz de resistir dos calentamientos a 1420 °C (longitud 80 a 100 mm, altura de 8 a 9mm, ancho 15 a 16 mm) (ver fig. .3)

5.10 Filtro - Cartucho refractario (I) (diámetro interior 14mm, diámetro exterior 16 mm, longitud 50 mm) (contenido de sílice de 12 a 15% (m/m), el resto alúmina.

La porosidad del cartucho es definido por el flujo de gas a través de toda la superficie a una presión dada: 4 a 5 L /min de gas a una presión de 250 mm de agua (ver fig.3).

Las navecillas y los cartuchos deben ser calcinados a 1420 °C por 10 min. En una corriente de oxígeno, y deben ser mantenidos en un desecador después de la calcinación.

Dimensiones en mm

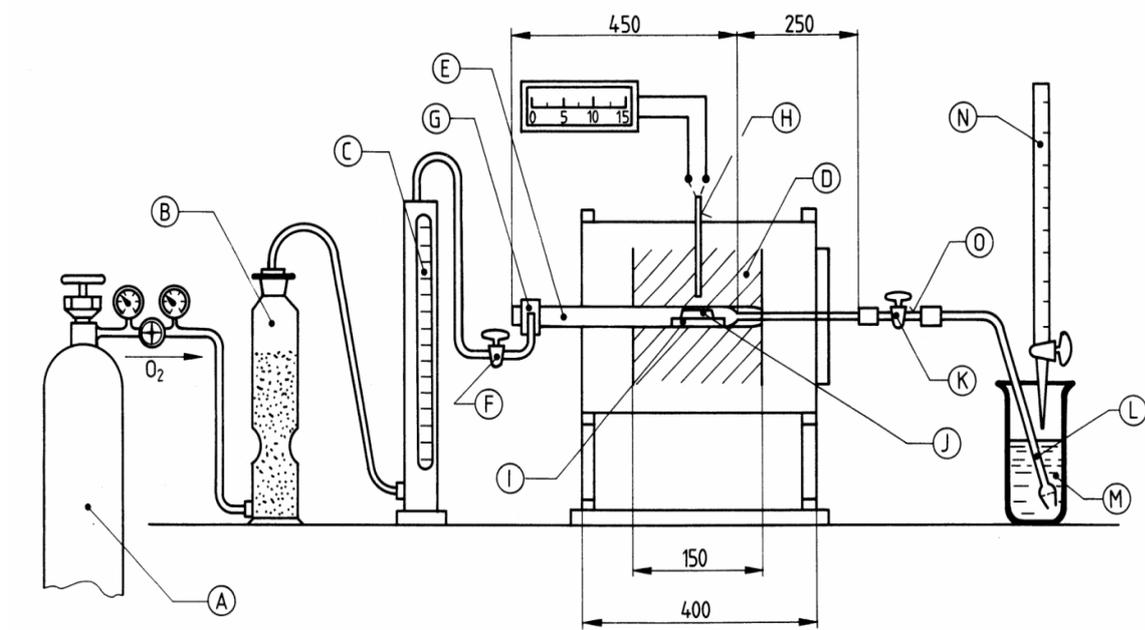
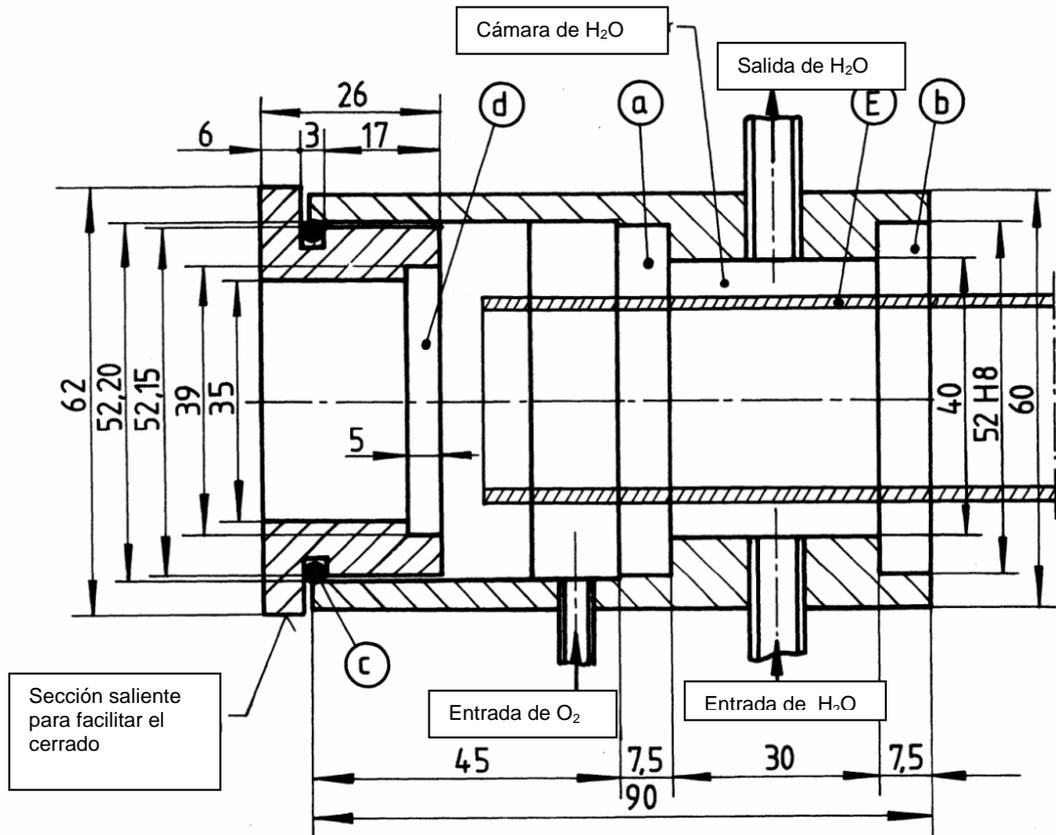


Figura 1 — Ejemplo del aparato para la determinación del azufre

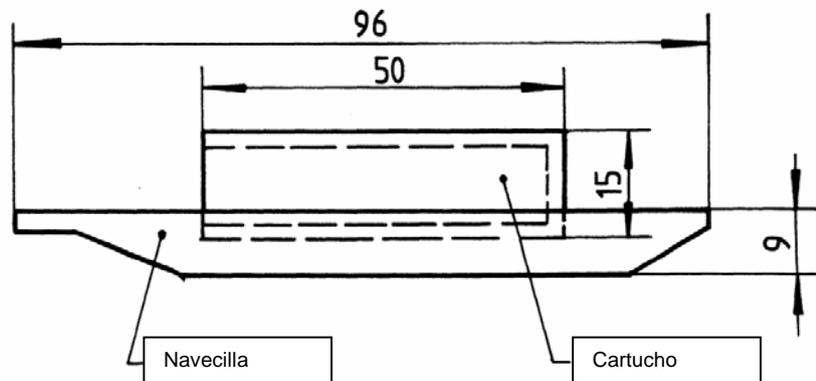
Dimensiones en mm



- a y b juntas de goma ajustada a presión
- c junta tioridal
- d vidrio coloreado montado en resina epoxidica
- e tubo de combustión

Figura 2 — Tubo de cierre enfriado con agua

Dimensiones en mm

**Figura 3 — Navecilla y cartucho**

5.11 Llave de salida de gas (K), con 2.5 mm de diámetro interior, para prevenir la salida de la solución absorbente dentro del tubo de burbujas.

- cuando el horno es abierto para introducir la navecillas y el conjunto del filtro -cartucho.

- durante el precalentamiento, el cual causa un vacío parcial en el horno como resultado de la oxidación del metal.

5.12 Tubo de burbujas con orificio (L) (ver figura 4)

5.13 Recipiente de absorción (M) con un diámetro mínimo de 35 mm y una altura de 140 mm.

5.14 Bureta(N), De 10 ml, graduada 1/20 ml conteniendo la disolución de referencia de borato de sodio (4.7).

5.15 Tubería de salida de gas (O), la cual debe ser tan corta sea posible.

5 Muestreo

El muestreo debe ser llevado a cabo acorde a la norma NC ISO 14284:2008.

7 Procedimiento

Advertencia: El contacto entre el perclorato de magnesio y sustancias orgánicas deberá evitarse debido a posible riesgo de explosión.

7.1 Preparación de los aparatos

Para verificar la hermeticidad del aparato, la regulación de la combustión y cualquier liberación de azufre por los materiales refractarios, se llevara a cabo determinaciones preliminares, en una masa de acero o hierro fundido con un conocido contenido de azufre.

La verificación de la hermeticidad del aparato puede ser realizado sin la navecilla y el cartucho.

NOTA: En estas determinaciones, será necesario obtener un resultado estable tomando en cuenta la variación inherente en todos los métodos.

La diferencia entre el promedio obtenido y el valor conocido del contenido de la porción de ensayo empleada no debe ser significativa.

7.2 Porción de ensayo

La masa (M) de la porción de ensayo en forma de virutas cortas de varias décimas de milímetros de espesor debe ser:

- a) $1 \pm 0.001\text{g}$ para un contenido presumido de azufre de inferior a 0.10% (m/m).
- b) $0.5 \pm 0.001\text{g}$ para un contenido presumido de azufre entre 0.10 a 0.20% (m/m).
- c) Para un contenido de azufre mayor 0.20% (m/m) calcular la masa de la porción de ensayo de forma tal que contenga lo más 1000 μg de azufre. Para crear las mismas condiciones de combustión, añadir a la porción de ensayo una cantidad, complementaria hasta 1g de hierro puro (4.4).

7.3 Combustión y Determinación

7.3.1 Acero no refractario y hierro fundido

Llevar el horno eléctrico (D) a la temperatura necesaria para obtener una temperatura mínima de 1420 °C dentro del tubo de combustión (E). Abrir los grifos (F) y (K) y regular el flujo de oxígeno (1.2 l/min). En el recipiente de absorción (M), colocar a suficiente solución – absorbente (4.6) para elevar el nivel del líquido 80 mm sobre los agujeros en el tubo de burbujeo (L) (ver nota 1) y añadir 4 a 5 gotas del indicador (4.8). Neutralizar por medio de la disolución de referencia de borato de

sodio (4.7) hasta que el indicador cambie de color (grisáceo verde). Anotar la lectura de la bureta V_1 en mililitros (ml).

Cerrar la corriente de oxígeno cerrado los grifos (F), (K). Abrir el dispositivo de entrada de oxígeno (G) e introducir el conjunto de navecilla y cartucho – filtro conteniendo la porción de prueba convenientemente dentro de la sección mayor del tubo de combustión (E). Cerrar el dispositivo de entrada de oxígeno (G) y ajustar el flujo de oxígeno a 1.2 l/min abriendo el grifo de entrada (F) primero e inmediatamente después, el grifo de salida (K).

Dejar que la porción de ensayo se queme por un período de 3 min, luego por más de 4 min durante el cual se titra (valora) — simultáneamente la solución absorbente por medio de la disolución de referencia de Borato de sodio. (4.7) hasta que el indicador cambie de color (coloración verde grisácea) (ver nota 2). Anote la lectura de la bureta V_1 en ml (ver nota 3).

NOTAS:

- 1- La altura del líquido de 80 mm es válida para un flujo de oxígeno de 1.2 l/min. como se especifica en el procedimiento.
- 2- Tres minutos es el período mínimo necesario para limpiar el dióxido de carbono del sistema antes de comenzar la valoración.
- 3- La valoración final puede ser ejecutado por medio de instrumentos— (valoración potencio métrica)

Dimensiones en mm

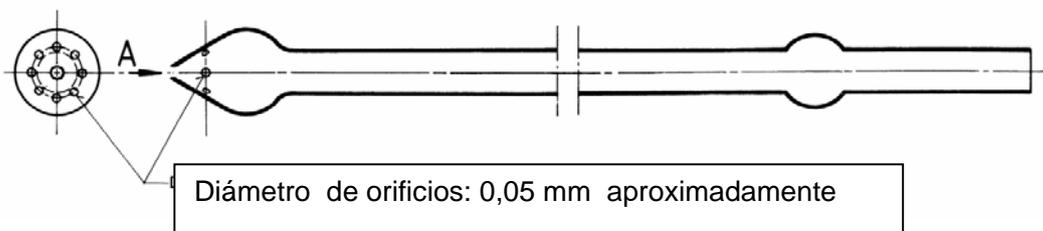


Figura 4 —Tubo de burbujeo con orificios

7.3.2 Acero refractario y hierro fundido. Y a que la combustión de estos aceros y hierros fundidos es difícil fundir, es necesario añadir una cantidad de fundente (4.5), observar que las dimensiones del conjunto de navecilla y cartucho estén destinadas a quemar una masa máxima de 1.2 g de metal.

8 Expresión de los resultados

8.1 Fórmula para el cálculo

El contenido de azufre (S) está dado, como por ciento en masa, por la fórmula:

$$0,00010 \times \frac{(V_2 - V_1)}{m} \times 100 = 0,010 \times \frac{(V_2 - V_1)}{m}$$

Donde:

$(V_2 - V_1)$ - es el volumen, en ml, de la disolución de referencia de borato de sodio (4.7) empleada para la titración.

m - es la masa, en gramos, de la porción de ensayo.

0.00010 - es el equivalente, en gramos de azufre, de la disolución de referencia de borato de sodio (4.7).

8 Reporte de ensayo

El reporte de ensayo incluirá las indicaciones siguientes:

- a) El método empleado, por referencia a esta norma nacional.
- b) Los resultados, y la forma en que son expresados.
- c) Cualquier característica inusual observada durante la determinación.
- d) Cualquier operación no especificada en esta norma nacional, o cualquier operación opcional la cual puede ser influenciado en los resultados.