

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

**FACULTAD DE QUIMICA**

**PLANEACION DE UN LABORATORIO DE  
CONTROL PARA UNA LAMINADORA**

**M O N O G R A F I A**

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:**

**INGENIERO QUIMICO METALURGICO**

**P R E S E N T A**

**JOSE LUIS ROMERO ROJANO**

México, D. F.

1977



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

CLAS: Tesis  
ADO: 1977  
FECHA: \_\_\_\_\_  
PROC: \_\_\_\_\_

353

INSTITUTO DE QUÍMICA  
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

M O N T E R E Y

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

JOSÉ LEIS RIVERA

1977

24 Dec 1977

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA

Presidente	Prof. ALBERTO OBREGON PEREZ
Vocal	Prof. CARLOS ARANGO SOLORIZANO
Secretario	Profa. ROSA MAGDA UNDA RODRIGUEZ
1er. Suplente	Profa. MARIA LUISA FLORES GARCIA DIEGO
2° Suplente	Prof. HUMBERTO MALAGON ROMERO

Sustentante JOSE LUIS ROMERO ROJANO

Asesor del tema ALBERTO OBREGON PEREZ

CON CARINO Y RESPETO

PARA MIS PADRES:

JOSE ANTONIO ROMERO SOLOGUREN Y

CLOTILDE ROJANO DE ROMERO

CON CARINO Y AMOR

PARA MI ESPOSA:

PATRICIA ANGELICA BARAJAS DE R.

CON CARIÑO A MIS HERMANOS

A MIS AMIGOS Y COMPAÑEROS

AL ING. ALBERTO OBREGON PEREZ  
POR SU DIRECCION Y COLABORACION  
INAPRECIABLES.

CON SINCERO AGRADECIMIENTO:

A LA PROFA. MA. LUISA FLORES G.

A LA PROFA. ROSA MAGDA UNDA C.



# I N D I C E

	PAG.
CAPITULO I Introducci3n.....	1
CAPITULO II. Planeaci3n del Laboratorio.....	2
CAPITULO III. Necesidades de la Laminadora.....	6
A) Vaciado en m3quina de colado continuo.....	6
1) Control de materia prima.....	6
2) Control de materia en proceso.....	7
3) Control de productos.....	7
B) Vaciado en Lingotera.....	8
CAPITULO IV. M3todos de An3lisis.....	10
1) Carb3n: M3todo de Orsatt.....	10
2) Azufre: M3todo de Combusti3n directa.....	15
3) Manganeso: M3todo del bismutato de Sodio - Sulfatoferroso amoniacal.....	13
a) bajo manganeso.....	18
b) alto manganeso.....	19
4) Manganeso: M3todo del persulfato de amonio-arsenito de sodio...	22
5) Silicio: M3todo de ataque con mezcla de 3cidos.....	25
6) Silicio: M3todo de la deshidrataci3n con mezcla sulfon3fica....	27
7) F3sforo: M3todo de ataque con 3cido n3trico.....	29
8) Cromo: M3todo de ataque con 3cido percl3rico.....	33
9) Cobre: M3todo iodom3trico.....	35
10) Cobre: M3todo colorim3trico.....	38
11) Plomo: M3todo del sulfuro molibdato.....	40
12) Silicio: en Ferrosilicio.....	42
13) Manganeso: en ferromanganeso y silicomanganeso.....	45
CAPITULO V. Conclusiones.....	43

## CAPITULO I INTRODUCCION.

Es por todos comprendida la importancia que representa el contar con un Laboratorio de Control dentro de cualquier industria para lograr un producto de óptima calidad y dentro de las normas establecidas.

El presente trabajo no pretende establecer un prototipo de Laboratorio, ni mucho menos abarcar toda la Industria Metalúrgica, sino simplemente hacer una pequeña aportación para resolver un problema específico en una Industria determinada.

Cabe señalar que los aceros al carbón no son considerados como aceros especiales y que los métodos de análisis son los tradicionales por vía húmeda, combustión, gravimétrico y colorimétrico; pero que, sin embargo, son poco practicados y casi desconocidos por la mayoría de los alumnos relacionados con la materia.

Para la realización de este trabajo, fueron consideradas las necesidades de diferentes Laminadoras en las cuales se produce el acero ya mencionado, valiéndose en todos los casos de un Horno Eléctrico y vaciando en lingotera, en algunos, y en Máquina de Colado Continuo, en otros.

Con el fin de proponer la planeación de un Laboratorio de Control y recopilar los métodos de análisis a seguir, se presenta este trabajo.

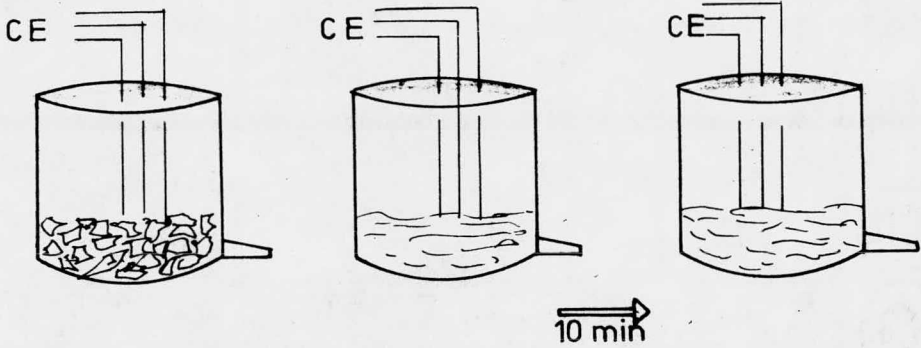
## CAPITULO II

### PLANEACION DEL LABORATORIO

El primer paso a seguir en la planeación del Laboratorio será fijar la ubicación del mismo dentro de la acería; seleccionar los aparatos y equipo necesarios para realizar los análisis, tomando en cuenta la cantidad de elementos que se analizarán, así como el tiempo que se deberá emplear para realizarlos. En seguida se procederá a la distribución de estos aparatos dentro del Laboratorio.

UBICACION DEL LABORATORIO: Para tener una mejor idea de la ubicación del Laboratorio, se presenta a continuación un diagrama en el cual se establecen tres etapas para el proceso de fabricación del acero.

Como se puede observar en el diagrama, cuando la chatarra se encuentra fundida y a una temperatura de 1570-1580°C, se saca una muestra de esa chatarra fundida para analizarla químicamente y conocer el contenido en % de carbón, manganeso y azufre. Ahora bien, lo que realmente determina la ubicación del Laboratorio no son los elementos que se analizan en el mismo, sino el tiempo en que deban realizarse, pues éste no debe ser mayor de diez minutos, ya que este tiempo es el necesario para que la chatarra fundida obtenga una temperatura de 1640-1650°C y se proceda a agregar las ferroaleaciones que darán la concentración requerida de los elementos para obtener finalmente el acero de una calidad determinada.



Horno eléctrico.  
Chatarra sin fundir.

Horno eléctrico.  
Chatarra fundida,  
Tem. 1570-1580°C  
Se saca muestra -  
de esa chatarra -  
fundida (a esta -  
muestra se le llama "preliminar") -  
y se analiza: car  
bón, manganeso y -  
azufre.

Horno eléctrico.  
Chatarra fundida,  
Temp. 1640-1650°C  
Se debe tener el -  
resultado de la -  
muestra "preliminar" para agregar  
las ferroaleaciones y obtener el -  
acero deseado.

Así pues, siendo tan restringido el tiempo para realizar los análisis, el laboratorio deberá estar situado lo más cerca posible del horno en donde se está fabricando el acero, con lo que se evita una pérdida de tiempo en llevar la muestra y recoger los resultados.

Si se cuenta con algún medio, por ejemplo, un ducto neumático para-

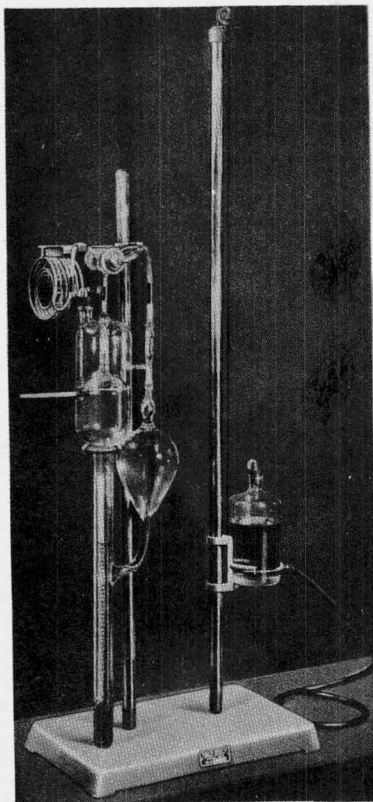
mandar la muestra desde el horno hasta el Laboratorio y conocer el resultado, ya sea por televisión, teléfono, etc., entonces, el Laboratorio podrá quedar ubicado tan lejos como se quiera el horno.

SELECCION DE APARATOS Y EQUIPO.- La selección de los aparatos y el equipo para análisis debe estar de acuerdo con las necesidades de la Compañía en cuanto a tiempo y número de elementos por determinar, pues no es lo mismo tener que analizar tres elementos en diez minutos que analizar quince o veinte en dos o tres minutos. En el primer caso no habrá necesidad de hacer un gasto muy elevado para satisfacer esa condición, pero en el segundo caso se requiere de un aparato muy costoso para cumplir con ese requisito.

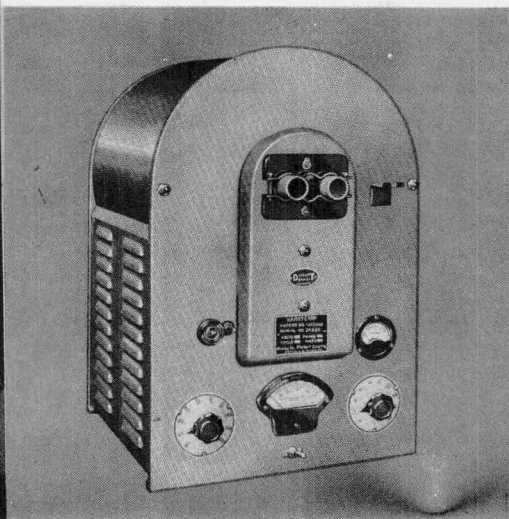
El problema específico que se está considerando, cae dentro del primer caso, pues habrá que realizar uno o dos análisis a muestras preliminares en un tiempo no mayor de diez minutos cada uno y los elementos a determinar son los siguientes: carbón, manganeso y azufre.

Para efectos de control de calidad en el acero procesado deberán -- analizarse los siguientes elementos sin que el tiempo sea ya un factor determinante: carbón, manganeso, azufre, fósforo, silicio, cobre, cromo, níquel y plomo.

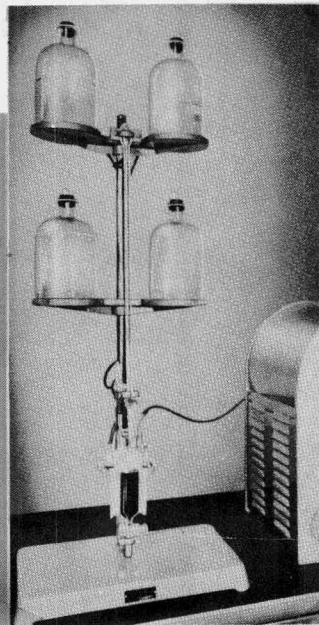
Los análisis a las ferroaleaciones que se utilizan en el horno se -- llevan a cabo en forma periódica para comprobar los resultados que manda el -- proveedor; las ferroaleaciones son las siguientes: Ferrosilicio, Ferromanganeso, Silicomanganeso.



a



b



c

Figura 1.

DETERMINADOR DE CARBON Y AZUFRE

- a) Bureta y soluciones para la determinación de carbón.
- b) Horno común para las dos determinaciones.
- c) Bureta y soluciones para la determinación de azufre.

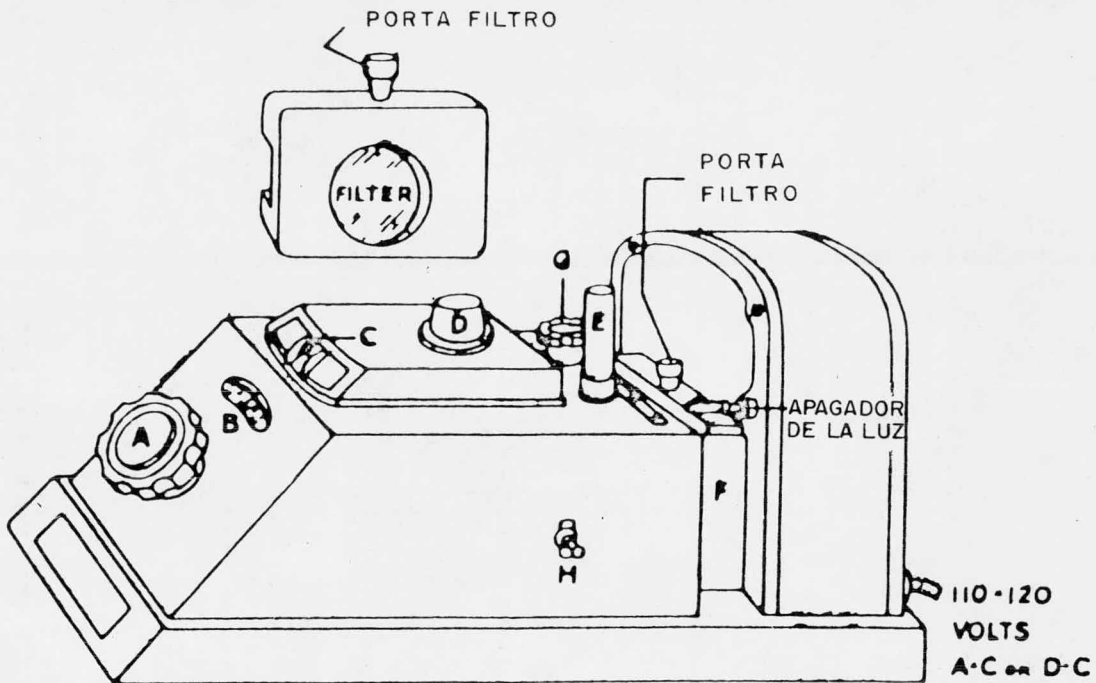
La realización de los métodos de análisis para los elementos mencionados requiere de los aparatos y equipo usuales de laboratorio y, además, los que se citan a continuación:

1) Aparato para la determinación de carbón y azufre por el método - de combustión directa.

La figura No. 1 muestra un aparato idóneo para este fin.

2) Taladro de base para obtener la rebaba de la muestra.

3) Colorímetro.- La figura No. 2 muestra un aparato para este fin.



- A = Botón de la escala**
- B = Escala de lectura**
- C = Aguja**
- D = Ajuste mecánico**
- E = Tubo del colorímetro**
- F = Aditamento para filtro**
- G = Boton de ajuste a cero**
- H = Interruptor de control**

Fig. 2



### CAPITULO III

#### NECESIDADES DE LA LAMINADORA

En este capítulo se hará mención de las necesidades que tiene las laminadoras para lograr producir un acero de óptima calidad, valiéndose del análisis químico y visual.

Ya que se han tomado en cuenta tres laminadoras distintas para este estudio, mencionaremos sus necesidades tomando en consideración el tipo de vaciado que utilizan.

#### A) Vaciado en Máquina de Colado Continuo (M.C.C.)

1) ANALISIS DE LA CHATARRA.- El análisis de la chatarra es el primer paso para lograr el control de la fabricación del acero con las características requeridas, llevandose a cabo, generalmente, de manera visual (cuando ya se tiene conocimiento de su composición). Ahora bien, cuando algún lote de chatarra es poco familiar o se tiene duda de su composición, se realiza un análisis químico a una muestra representativa, en la que generalmente se analizan los siguientes elementos: carbón, manganeso, azufre y cromo.

Dependiendo del resultado de estos análisis la chatarra es aceptada o rechazada; si es aceptada se colocará en el lugar que corresponda y generalmente es rechazada cuando trae un alto contenido de azufre o cromo, ya que es

tos elementos son perjudiciales para el vaciado en la máquina de colado continuo.

2) ANALISIS DEL ACERO EN PROCESO.- Una vez que la chatarra ha sido fundida dentro del horno y se encuentra a una temperatura de 1560 a 1580°C, - se saca una muestra (preliminar) en la cual se analizará carbón, manganezo y azufre en un tiempo no mayor a diez minutos.

Con los resultados de la muestra preliminar se seguirá una técnica de terminada para aumentar o disminuir la concentración de carbón (según el acero que se pretenda fabricar); aumentar la concentración de manganezo en el caso necesario y disminuir la concentración de azufre en el caso de requerirlo. - Una vez hecho esto se sacara otra muestra preliminar en la cual se análizan los mismos elementos antes citados con el objeto de saber la concentración -- hasta ese momento y poder hacer los cálculos para la adición final de ferroaleaciones, desoxidantes y carburar en caso necesario.

3) ANALISIS DEL ACERO CUANDO YA HA SIDO VACIADO O COLADO EN LA MAQUINA DE COLADO CONTINUO.- El acero que ha sido vaciado en la Máquina de Colado continuo saldrá en forma de lingote o bilet con una longitud deseada. A efectos de control de calidad se cortará una muestra del primer lingote que sale de la colada, otra muestra de los lingotes intermedios y - otra más del último lingote de la colada.

Estas muestras serán enviadas al laboratorio para que les sean analizados los siguientes elementos: carbón, manganezo, azufre, fósforo, silicio, cobre, cromo, níquel y plomo. Aunque todos estos elementos determinan realmente la calidad del acero, los que le dan la propiedad de acero al carbón --

(ya que es el acero que se pretenda fabricar) son el carbón, manganezo y silicio; los demás elementos son considerados como indeseables o residuales, no debiendo rebazar un cierto límite establecido, ya que son nocivos para el momento de estar colando el acero en la Máquina de Colado Continuo, así como para el proceso de laminación de dicho acero.

#### B) Vaciado en Lingotera.

Si bien el control de calidad para el acero que se vacía en lingotera debe ser tan estricto como el que se vacía en la Máquina de Colado Continuo el acero vaciado en Lingotera acepta un rango más elevado en % de los elementos residuales, de ahí que el número de análisis que se realiza a dicho acero sea mucho menor.

La razón de que el acero al ser vaciado en la Máquina de colado Continuo no deba rebazar cierto límite de los elementos residuales, es porque este acero debe pasar a través de un molde de cobre para que salga en forma de lingote de manera continua y, dicho lingote sufrirá rotura regándose el acero si rebaza esos límites; mientras que en el acero vaciado en lingotera, cada lingote es independiente.

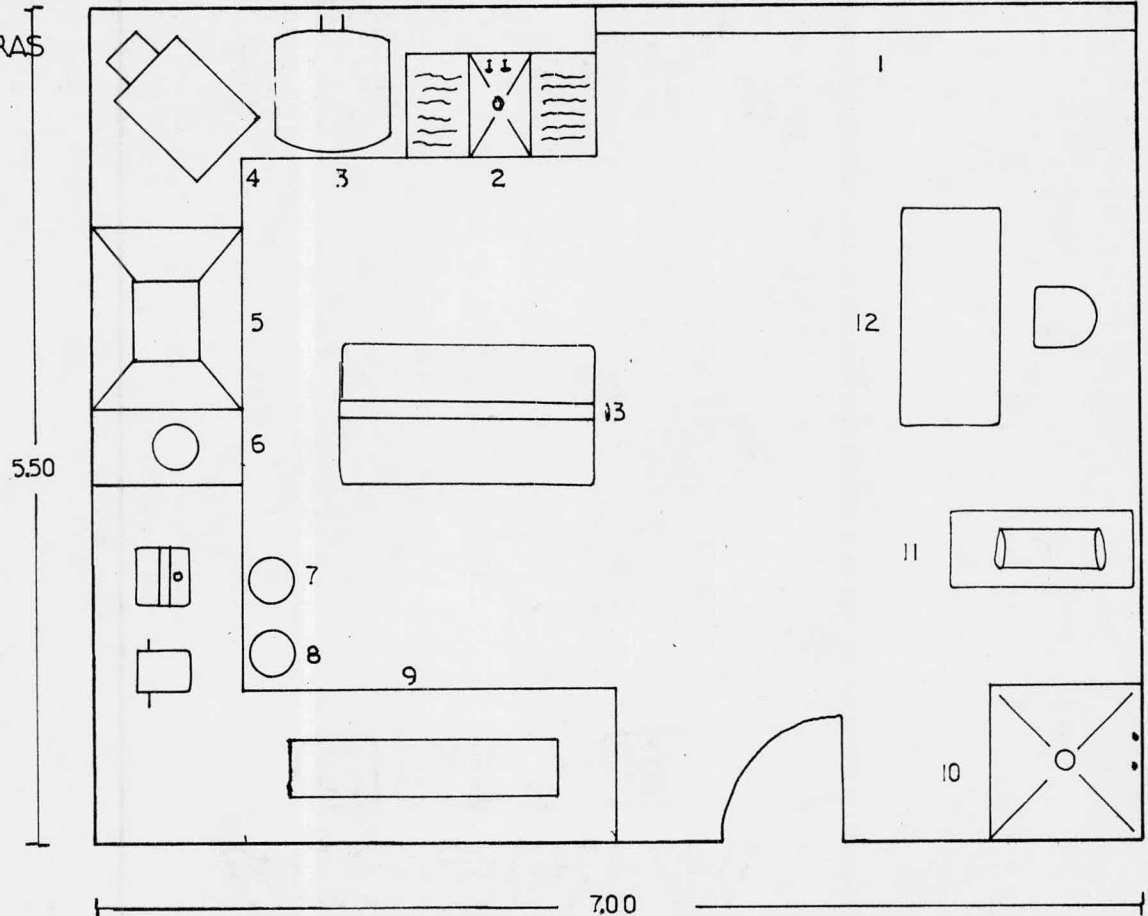
Al igual que en las Compañías de Máquina de Colado Continuo, se lleva a cabo un análisis visual y químico de la chatarra determinándose carbón, manganezo y azufre.

El análisis del acero en proceso consiste en analizar dos muestras preliminares en los que nos interesa unicamente el carbón, manganeso y azufre.

El control de calidad para el acero ya procesado se llevará a cabo mediante el análisis de dos muestras de diferentes lingotes y de los cuales nos interesa conocer el % de los siguientes elementos: carbón, manganeso, azufre, fósforo y silicio.

# LABORATORIO ESTANDAR PARA UNA LAMINADORA

- 1 GAVETA PARA MUESTRAS
- 2 LAVA3O
- 3 DETERMINADOR DE CARBON Y AZUFRE
- 4 MUFLA
- 5 CAMPANA
- 6 AGUA DESTILADA
- 7 COLORIMETRO
- 8 BALANZA
- 9 GRADILLA
- 10 REGADERA
- 11 TALADRO
- 12 ESCRITORIO
- 13 MESA DE TRABAJO



CAPITULO IV.  
METODOS DE ANALISIS.

## 1) CARBON.

Análisis.- Método de Orsatt (Combustión directa).

Uso.- Puede decirse que el método de Orsatt es usado universalmente para determinar carbón en cualquier tipo de acero, hierro, ferroaleación, liga, etc.

Procedimiento.- Pesar la cantidad adecuada de muestra según se trata de contenidos altos, medios o bajos de carbón: 0.2500 g., 0.5000 g. ó -- 1.000 g. y colocarlos en la navecilla de combustión previamente calcinada, cubriendo en seguida toda la rebaba con tiras de cobre o estaño granular a 30 - mallas (fundamente) con cuidado de no tirar la muestra, introducir la navecilla hasta la zona de mayor temperatura del tubo de combustión, de 1400 a 1450 °C; como máximo esperar un minuto para dar tiempo a que funda la muestra al cabo del cual dar paso al oxígeno a 0.9 l/min. a una presión de 0.03 g/cm<sup>2</sup> ó 0.5 psi.; los gases deben recogerse en el bulbo que contiene la solución roja (debido moverse la llave a la posición de las seis horas y bajar la botella - niveladora).

Cerrar la llave que da paso al oxígeno cuando la célula se encuen--

tre a 3 cm. del nivel inferior; retirar el tapón y sacar la navecilla; con -- esto se da tiempo a que la solución se nivele.

Mover la llave a la posición de las cuatro horas para conectar la - solución de potasa al medio ambiente y con ello aliviar cualquier diferencia- de presión creada, manteniéndola en esta posición durante 3 segundos; después mover la llave a la posición de las dos horas, conectando así el bulbo que -- contiene los gases de la solución de potasa; hacer burbujear los gases en esta última solución levantando la botella niveladora a unos 30 cm. de su posición mínima o más baja, hacer que la potasa sobrepase ligeramente el nivel -- que tiene marcado en el bulbo, subir la botella nuevamente para repetir el -- burbujeo asegurándose así que todo el bióxido de carbono fue retenido en la - potasa, bajar la botella para regresar el exeso de oxígeno; hacer que el me-- nisco de la potasa coincida perfectamente con el nivel que está marcado en -- plástico.

Tomar lectura en la escala respectiva de acuerdo con la pesada que- se hizo y basándose en el menisco (la parte baja) de la solución roja.

Anotar la lectura; mover la llave siguiendo el sentido de las mane- cillas del reloj hasta alcanzar la posición de las cuatro horas; ahora bajar- completamente la botella.

El resultado obtenido deberá corregirse por presión atmosférica en- milímetros de mercurio, corrigiendo esta por la temperatura ambiente (se res- tará un determinado número de mm. de Hg. de acuerdo con la tabla que el propio

calculator tiene) la presión atmosférica corregida ponerla contra la temperatura del gas en el bulbo rojo; en estas condiciones, colocado el disco calculador, llevar la lectura de la bureta al disco superior y forma el % de carbón que corresponde a la lectura tomada; la parte que toca al ajuste del disco deberá hacerse tantas veces como sea necesario, pues varía considerablemente con pequeños cambios de presión o de temperatura, afectando enormemente -- los resultados.

Ver ejemplos Nos. 1 y 2 para obtener % de carbón.

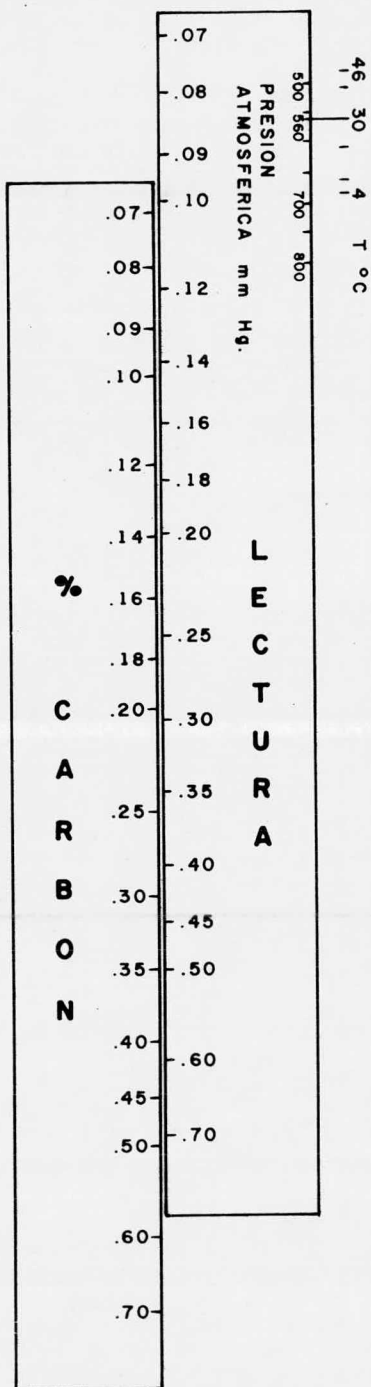
Precauciones.- Antes de hacer cualquier determinación deberán correrse por lo menos un par de testigos, o sea determinaciones pero sin muestra; una vez corridos los "testigos" revisar que el menisco (su base) coincida con la línea de los ceros, si no es así, quitar o poner agua destilada hasta encausar esa condición.

Renovar de cuando en cuando la lana de vidrio que se encuentra en la trampa de azufre, poniendo en cada vez bióxido de manganeso.

Revisar que no tenga entradas de aire el aparato, ni por los tapones ni por las diferentes conexiones con tubo de hule. Si se comprueba plenamente que está roto el tubo de combustión, reemplazarlo de inmediato, evitando a toda costa introducir de una sola vez el tubo de protección ya que con ello se rompe el de combustión. Cambiar el tubo de protección tantas veces como lo amerite el trabajo antes de que se pegue al de combustión.



# EJEMPLO No. 1

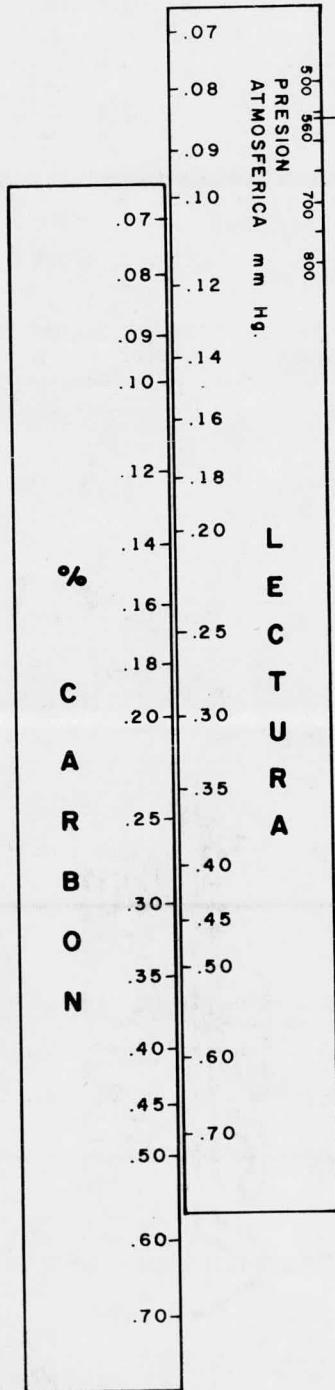


T = 30° C

L = .50

% = .35

# EJEMPLO No. 2



T = 34° C

L = .30

% = .20

En cuanto se note cualquier agrietamiento en las conexiones de hule reemplazarlas.

Cambiar la ANHIDRONA del tren de lavado de oxígeno cuando cambie de aspecto.

Reemplazar el ácido sulfúrico cuando tome un aspecto café, lavando con cera o parafina derretida.

Tener de reserva un bulbo para solución de potasa y uno más para solución roja; lo mismo que un juego de resistencias GLOBAR DELTA, del tipo AT, de dimensiones 17 X 1/2 pulg. con resistencia de 1.250 ohms al 10%.

Tener de reserva 1000 G. de hidróxido de potasio en lentejas.

En caso de fallas de energía eléctrica, apagar el aparato y bajar al mínimo los controles del amperaje, tapando de inmediato los dos tubos de combustión con tapones sólidos. Al restablecerse el servicio, dar paso a la electricidad usando el interruptor general y después aumentar el amperaje hasta un máximo de 12 ampers.

Cuando la temperatura de la que se parte es inferior a 500°C, subir sólo a 9 Ampers la corriente y mantenerla hasta que sobre pase los 600 °C, -- después incrementar a los 10 Ampers y ya que alcance los 800°C llevar a los 12 Ampers hasta que alcance la temperatura deseada.

Cuando sólo se trabajen uno o dos turnos, nunca apagar el aparato para evitar choques térmicos en los refractarios, además de que la temperatu-

ra de trabajo es difícil de alcanzarla. En caso de interrupción por no labo-  
rar un turno, bajar el amperaje a 9 Ampers, con lo cual la temperatura baja--  
rá a unos 1150°C y al siguiente día de trabajo, no será difícil llegar a los-  
1400°C.

Si por alguna circunstancia urgiese un análisis y la temperatura só  
lo llegase a 1200°C, poner triple cantidad de fundente y permitir que la fu--  
sión de la muestra se alcance dando un tiempo de tres a cuatro minutos.

Soluciones.- La solución de hidróxido de potasio se prepara disol-  
viendo 820 g. de KOH en 1200 ml. de agua destilada, usándola antes que este -  
fría y reemplazarla cada 200 determinaciones o cuando se ponga amarilla.

La solución roja se prepara adicionando a 1000 ml. de agua destila-  
da, 10 mg. de rojo de metilo y 6 ml. de ácido sulfúrico concentrado.

Otra manera de preparar la solución roja es: tomar 100 ml. de la so  
lución "para el determinar de carbón", diluirla a 750 ml/ con agua destilada-  
y agregar 5 ml. de  $H_2SO_4$ .

## 2) AZUFRE

ANALISIS.- Combustión directa.

USO.- Este método, al igual que en el caso del carbón, es usado -- prácticamente en toda determinación de azufre contenido en cualquier tipo de acero, hierro, ferroliga, etc.

PROCEDIMIENTO.- Pesar exactamente un gramo de muestra y colocarlo en una nuevecilla de combustión precalcinada, y se cubre con laminillas de estaño o cobre; se introduce al tubo de combustión para azufre, permitiendo que funda (también aquí se debe dar un minuto) a una temperatura de 1400°C.

La titulación se hará en un recipiente profundo en el cual se ha colocado ácido clorhídrico al 1.5% (65 ml.), además, 2 ml. de solución indicadora (almidón) y un poco de solución tituladora de yodato de potasio, lo cual - origina un color azul. Se introduce el tubo que proviene del de combustión.- Después que ha fundido la muestra, se hace pasar una corriente constante de - oxígeno a 0.9 l/min. a una presión de 0.03 Kg./cm<sup>2</sup> (0.5 psi), esto origina un burbujeo en la solución; después de unos segundos se va decolorando la solución hasta desaparecer el tono azul, lo cual se debe impedir agregando yodato de potasio, procurando que no sea demasiado intenso el color final. Se da -- por terminada ya la inyección de oxígeno cuando después de 20 segundos no decolora ya la solución. El contenido de azufre se lee directamente en la esca- la derecha de la bureta de yodato de potasio.

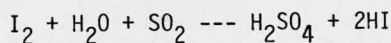
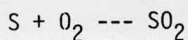
Como en algunas ocasiones la solución tituladora no fue preparada - con el peso exacto del yodato de potasio, es necesario obtener un factor a -- usar en toda determinación (mientras dura esa solución): el factor se obtiene corriendo el azufre de un patrón o estandar de concentración conocida de azu- fre y dividiendo entre la lectura.

EJEMPLO:

$$\frac{\%S \text{ en patrón}}{\text{lectura}} = \frac{0.037\%S}{0.042} = \frac{0.881}{1} = \text{factor.}$$

Por lo tanto: %S = Lectura de la muestra por factor.

REACCIONES



PRECAUCIONES.- No debe dejarse decolorar totalmente la solución al hacer una determinación.

PREPARACION DE SOLUCIONES.- La solución que va en el frasco coloca- do al lado izquierdo superior es la del ácido clorhídrico; esta solución se - prepara con 15 ml. de ácido clorhídrico concentrado y 985 ml. de agua destila- da.

En el frasco colocado al lado derecho superior se pone la solución- de yodato de potasio que se prepara disolviendo exactamente 0.1069 gramos del

reactivo en un poco de agua destilada puesta en un matraz volumétrico de 1000 ml. y ya disuelto se afora con más agua destilada fría.

En el frasco inferior del lado izquierdo se coloca agua destilada - para ser enjuagado el recipiente de la titulación, después de cada determinación.

Finalmente en el frasco inferior derecho va colocado el almidón que sirve como indicador. Este almidón se prepara haciendo una pasta en un vaso de 600 ml. con 9 gr. de almidón y 7 ml. de agua destilada; a esta pasta se añaden 500 ml. de agua destilada caliente; se deja enfriar, se pasa a un matraz volumétrico de 1000 ml., se agregan 15 gr. de yoduro de potasio y se - - afora con agua fría. La adición de agua caliente deberá hacerse con agitación intensa.

## 3) MANGANESO

ANALISIS.- Método del bismutato de sodio - Sulfato ferroso amoniacal

USO.- Se puede usar este método para todo tipo de acero, con pequeñas modificaciones en casos especiales y en el ataque solamente, variando la pesada de acuerdo con el contenido de manganeso del acero; así, para cantidades menores del 3% de manganeso (bajo manganeso) se posará un gramo de muestra; para porcentajes comprendidos entre 3 y 15% de manganeso se pesarán 0.200 g. (alto manganeso). Para contenidos mayores se harán pesadas especiales tomando partes alícuotas.

a) BAJO MANGANESO.- Pesar un gramo de muestra, atacarla en un matraz Erlenmeyer de 500 ml. con 75 c.c. de ácido nítrico 1:2, calentar hasta disolución total y eliminación de vapores nitrosos. Retirar del calor y oxidar con bismutato de sodio ( $\text{NaBiO}_3$ ) con aproximadamente 0.5 g., calentar por dos minutos al cabo de los cuales existirá un precipitado café; sin retirar de la parrilla agregar unas gotas de solución al 6% de bióxido de azufre, hasta la total desaparición del precipitado café-rojizo del bióxido de manganeso y se aparecerá en su lugar una coloración amarilla. Enfriar a la temperatura ambiente (usando corriente de agua); ya fría la solución, agregar otra cantidad igualmente ligeramente mayor (0.750 g. aproximadamente) de bismutato de sodio y agitar rigurosamente para tener una mezcla homogénea. Filtrar usando filtro Schott de disco poroso y matraz Kitasato, en este último habrá solución de color violeta; lavar el filtro con ácido nítrico al 3% hasta que la solución que --



salga de él esté completamente incolora. Al filtro que está en el Kitasato - se le agregan 25 ml. (una ampolleta) de sulfato ferroso amoniacal. El exceso de sulfato ferroso amoniacal se titula con solución de permanganato de potasio (1.75 g/lit.).

DETERMINACION DEL TESTIGO.- Vaciar el contenido de una ampolla de - sulfato ferrosos amoniacal (25 ml. exactamente) a un matraz Erlenmeyer de - - 500 ml.; agitando constantemente se agrega la solución de permanganato hasta- obtener una solución ligeramente rosa.

La lectura obtenida será el "testigo".

Se recomienda determinar el testigo en cada turno pues varía, máxi- me si las soluciones están recién preparadas.

CALCULOS.- Se llevarán a cabo de la misma manera que para el alto- manganeso que se describe en el inciso siguiente.

#### b) ALTO MANGANESO

Pesar 200 mg. de muestra y atacarlos en un matraz Erlenmeyer de 500- ml. con 75c.c. de ácido nítrico al 1:2. Calentar hasta la total disolución y eliminación de vapores nitrosos. Retirar del calor y oxidar agregando con -- cuidado aproximadamente 0.5 g. de bismutato de sodio. Hervir por dos minutos al cabo de los cuales existirá un precipitado café; sin retirar de la parri-- lla se sigue el mismo proceso detallado en el caso anterior.

PRECAUSIONES.- Al agregar por segunda vez el bismutato de sodio y-

después de agitar vigorosamente, dejar reposar medio minuto para observar si hay presipitado amarillo de bismutato; en caso de no haberlo, agregar aproximadamente 1/4 de gramo más y repetir la experiencia. Invariablemente debe haber ese pequeño exceso de bismutato para asegurar que la oxidación sea completa.

#### PREPARACION DE SOLUCIONES.

Sulfatoferroso amoniacal.- Se requiere del reactivo químico así denominado, además de ácido sulfúrico concentrado y aluminio metálico laminado o en trozos pequeños.

Sulfato ferroso amoniaca	47 gramos.
Acido sulfúrico concentrado	45 c.c.
Aluminio metálico	5 gramos.
Agua destilada	1000 c.c.

De esta solución se recomienda preparar por lo menos 18 litros, ya que es conveniente dejarla reposar un mínimo de siete días para su completa estabilización.

Para facilitar la solución del sulfato ferroso se hacen pequeñas adiciones de ácido en el vaso (2000 ml.) donde se prepara. Una vez medida la cantidad de litros a preparar se agrega el aluminio. Este debe haber sido enjuagado con agua; después con 1500 ml. de agua destilada y 25 ml. de ácido sulfúrico, se hierve hasta que se inicie el ataque del aluminio (aparecen pequeñas burbujas dando aspecto de turbulencia) se tira esta solución, se enjua

ga y se agregan otros 1500 ml. de agua y 25 ml. de tetracloruro de carbono; - se tira esta solución y se agrega aluminio al garrafón donde se ha preparado el sulfato ferroso.

Permanganato de Potasio.- Esta solución se prepara disolviendo 1.75 g/lt. Para su disolución se recomienda calentar el agua donde se disolverá.

### CALCULOS

(Testigo - Lectura titulación) por factor, igual, % Mn.

Factor.- Se debe encontrar un factor ya que no es posible preparar una solución de permanganato de potasio con la concentración requerida.

El factor se calcula mediante un estandar con un contenido de Mn. - perfectamente conocido y siguiendo exactamente la misma marcha de análisis ya descrita para una muestra. Así, el factor se despeja de la ecuación de los cálculos ya que conocemos el testigo, la lectura de titulación y el % Mn.

$$\text{factor} = \frac{\% \text{ Mn. en el estandar}}{\text{testigo} - \text{Lectura de titulación.}}$$

NOTA: El estandar es una muestra de acero fabricada especialmente para calibrar aparatos y soluciones. Tiene concentraciones conocidas de los elementos que componen el acero, facilitando enormemente los cálculos mediante el uso del factor mencionado anteriormente.

Este factor nos evita el tener que valorar las soluciones.

## 4) MANGANESO

ANALISIS.- Método del persulfato de amonio arsenito de sodio.

USO.- Se recomienda para análisis de manganeso en aceros comunes y de baja aleación, esto es, en porcentajes menores del 1%, se utilizan pesadas de 0.5 g. para obtener resultados practicamente directos de los c.c. gastados de arsenito de sodio en la titulación.

PROCEDIMIENTO.- Medio gramo de muestra exactamente pesado, se pone en un matraz de 500 ml. que contiene 30 ml. de una mezcla de ácidos y 30 ml. de agua destilada. Se pone en la parrilla para activar su ataque; una vez -- efectuado éste y expulsados los vapores nitrosos se retira de la parrilla y - se agregan 10 ml. de solución de nitrato de plata (10 g/lt.) y 20 ml. de persulfato de amonio (150 g/lt.). De inmediato se pone en la parrilla y se deja en abullición por espacio de dos minutos, tiempo suficiente para que se aprecie una ebullición sin espuma; se enfría a la temperatura ambiente usando agua corriente y se titula con solución de arsenito de sodio (2 g/lt.). El punto-final está dado por la desaparición del color violeta que se hace durante la ebullición; va pasando lentamente de ese color al amarillo.

PREPARACION DE SOLUCIONES.

La mezcla de ácidos que se utiliza para atacar al acero se debe preparar precisamente en la forma que se indica, ya que se pueden originar reac-

400282



61060

ciones violentas con desprendimiento de calor, o bien se pueden descomponer - los ácidos; para preparar un litro de la mezcla se puede hacer la siguiente - combinación:

525 ml. de agua destilada  
250 ml. de ácido nítrico concentrado  
125 ml. de ácido fosfórico concentrado  
100 ml. de ácido sulfúrico concentrado.

Para prepararla, poner inicialmente el agua destilada y agregarle, - con agitación constante y vigorosa, los 100 ml. de ácido sulfúrico concentra- do, lentamente; después agregar, agitado, el ácido fosfórico concentrado y, - finalmente, también agitando, poner los 250 ml. de ácido nítrico concentrado.

La solución de nitrato de plata se prepara disolviendo 10 g/lt. del- reactivo analítico ( $\text{AgNO}_3$ ) en agua fría.

La solución de persulfato de amonio se prepara disolviendo 150 g/lt. del reactivo.

NOTA: Cuando se realice el análisis de este elemento en hierro cola- do, deberá filtrarse la solución para eliminar el grafito, ya que interfiere- en la apreciación del vire del color. El filtrado se efectuará antes de agre- gar el nitrato de plata y se lavará el filtro con agua destilada caliente, -- después se calentará a ebullición y cuando ésta se inicie, se procederá como- de constumbre.

Factor.- El factor para los cálculos del % de Mn. en una muestra se obtiene mediante un estandar el cual contiene un % de Mn. conocido. Con dicho estandar se seguirá el mismo procedimiento de análisis ya mencionado y el factor se calcula de la siguientes manera:

$$\text{Factor} = \frac{\% \text{ Mn. conocido}}{\text{Ml. gastados en la titulación del estandar}}$$

CALCULOS.- % Mn. = (Ml. gastados en la titulación de la muestra) por factor.

## 5) SILICIO

ANALISIS.- Ataque con mezcla de ácidos.

USO.- Para hacer determinaciones de silicio en aceros comunes, de baja aleación o al alto manganeso, así como al cromo - moligdeno, es recomendable este método por su rapidez y exactitud sobre el método por deshidratación con mezcla sulfonítrica.

PROCEDIMIENTO

- 1.- Pesar 2 gramos de muestra (para hierro colado pesar sólo un gramo).
- 2.- Agregar 50 ml. de mezcla de ácidos al vaso de 250 ml. que contiene la muestra.
- 3.- Calentar a la parrilla hasta sequedad, cuidando de que no seque ni se tire el precipitado.
- 4.- Dejar enfriar.
- 5.- Adicionar 40 ml. de agua destilada
- 6.- Hervir durante un minuto
- 7.- Filtrar, lavando con agua acidulada (HCl 1%) las paredes del vaso y en caliente; ya lavado el vaso proseguir lavando el vaso con agua, también caliente, hasta eliminar completamente la acidez, haciendo pruebas con anaragado de metilo.
- 8.- Colocar el papel filtro con el precipitado en un crisol de por-



celana.

- 9.- Calcinar a 850°C. durante media hora.
- 10.- Dejar enfriar en un desecador
- 11.- Pesar el precipitado.

CALCULOS.- El precipitado obtenido es de  $\text{SiO}_2$ ; para reportar silicio se hacen los siguientes cálculos:

Peso en gramos por F por 100 = % Si.

$$\text{dibde } F = \frac{\text{Pm Si}}{\text{Pm SiO}_2} = 0.4672 \text{ para un gr. de muestra.}$$

Como se utilizan 2 gr. de muestra  $F = 0.2336$

Por lo tanto: % Si = Peso en gramos de  $\text{SiO}_2$  pro 23.36

REACTIVO.- Preparación de la mezcla de ácidos:

600 ml. de agua destilada

600 ml. de ácido clorhídrico

800 ml. de ácido perclórico

NOTA: - Usar papel filtro Whatman No. 30 de 11 cm. de diámetro o su equivalente en otra marca (para precipitados cristalinos finos).

## 6) SILICIO

ANALISIS.- Método de la deshidratación con mezcla sulfonítrica.

USOS.- Sus aplicaciones son las mismas que para el método anteriormente descrito.

PROCEDIMIENTO.- Se pesan exactamente 2 gr. de muestra y se depositan en un vaso de precipitados de 250 ml. o en una cápsula de porcelana; se ataca con 35 ml. de la mezcla sulfonítrica; se cubre con un vidrio de reloj y se calienta hasta disolución completa de la muestra. En seguida se evapora hasta observar humos blancos densos; se deja enfriar y se agregan 30 ml. de ácido clorhídrico 1 a 1, nuevamente se calienta hasta disolver las sales; se filtra y se lava el precipitado alternativamente con ácido clorhídrico al 10% caliente y agua también caliente; después de lavar las paredes del vaso de precipitados, proseguir los lavados únicamente con agua caliente hasta eliminar el ácido.

Se coloca el papel filtro de cenizas conocidas con el precipitado en un crisol de porcelana y se calcina a 850°C. por media hora. Se retira de la mufla y se deja enfriar en un desecador. Ya frío (a la temperatura ambiente) se pesa la sílice obtenida y después se calcula el % de Si.

$$\% \text{ Si.} = \text{Peso en gramos de Si}_2\text{O}_3 \text{ por } 23.36$$

PRECAUCIONES.- Al agregar la mezcla de ácidos, hacerlo con cuidado, pues la reacción es enérgica.

Preparación de la mezcla sulfonítrica:

1200 ml. de agua destilada

300 ml. de ácido sulfonítrico concentrado

500 ml. de ácido nítrico concentrado

## 7) FOSFORO

ANALISIS.- Ataque con ácido nítrico.

USO.- Este método se recomienda para ser usado en cualquier tipo de acero al manganeso.

PROCEDIMIENTO.- Por los bajos contenidos de fósforo que caracterizan a los aceros (menores de 0.05%), se hace una pesada mayor de un gramo, para con ello reducir los errores del proceso.

Se pesan exactamente dos gramos de muestra y se pasan a un matraz Erlenmeyer de 300 ml., se atacan con 60 ml. de ácido nítrico 1:1. Se deja atacar unos minutos, sin calentar, ya que en si misma la reacción es violenta y se puede derramar la solución. Después se lleva a la placa caliente hasta ataque total y desprendimiento de los vapores nitrosos (humos cafés). Se adiciona 1 ml. (15 gotas) de solución de permanganato de potasio al 5%, retirando el matraz de la placa y agitando para oxidar el fierro; dejar hervir por espacio de 2 minutos. Agregar ácido sulforoso al 6% (reductor) hasta que desaparezca el precipitado; éste agregado deberá hacerse lentamente y con agitación; dejar hervir 2 minutos. Ahora agregar 10 ml. de ácido nítrico concentrado y dejar hervir. Se retira de la placa caliente y de inmediato adicionar 50 ml. de la solución de molibdato de amonio agitando vigorosamente durante 2 minutos.

Permitir que se precipite el fosfomolibdato de amonio, lo cual re-

quiere media hora como mínimo, antes de proceder a filtrarse.

Se usará papel filtro Watmann # 7 de once centímetros de diámetro. - Después de colocarlo debidamente se pondrá un poco de pulpa hecha de papel -- filtro; en seguida se aplicará la succión con el objeto de verificar que no -- esté roto el papel filtro.

Aplicando succión se pasa todo el contenido del matraz; una vez pasa do éste, ayudarse con agua destilada fría, lavar con pequeñas cantidades de -- agua las paredes del recipiente, agitando constantemente antes de pasar al em budo. Esta operación se repite unas diez veces o las necesarias para elimi-- nar del matraz todo el ácido. En seguida lavar perfectamente el precipitado-- y el papel filtro de modo de eliminar por completo la acidez, probando lo an-- terior con anaranjado de metilo. Ya alcanzada esa condición, pasar el papel-- filtro y su precipitado amarillo al matraz respectivo; agregarle 10 ml. de so -- lución tituladora de sosa, tapar y agitar enérgicamente; agregar 50 ml. de -- agua destilada y repetir la agitación. Ahora lavar las paredes del matraz -- con un poco más de agua. Poner una o dos gotas de solución alcóhólica de fe-- nolftaleina que servirá de indicador. La sosa reaccionará con el fosfomolib-- dato de amonio. Titular el exceso de sosa presente en la pulpa con solución-- 0.IN de ácido nítrico (la sosa también tiene normalidad de 0.1).

CALCULOS.- La diferencia entre los mililitros agregados de sosa y -- los mililitros de ácido nítrico gastados para titular el exceso de sosa que -- no reaccionó con el fosfomolibdato de amonio se multiplica por el factor res-- pectivo, obteniéndose se así el contenido de fósforo en la muestra, para pesa-- das de dos gramos.

Ejemplos:     10.0 c.c. de hidroxido de sodio (0.IN)  
               - 7.3 c.c. de ácido nítrico (0.IN)  
                   2.7 c.c.

% P = 2.7 por factor.

FACTOR.- Se hace la determinación del factor exactamente en las mismas condiciones que las antes mencionadas para la muestra; sólo que ahora se trata de un estándar con un % de fósforo conocido.

$$\frac{\% \text{ de fósforo en el estándar}}{\text{c.c. de diferencia en las soluciones}} = \text{factor}$$

PRECAUCIONES.- En caso de observarse que el precipitado pasa a través del papel filtro, es indispensable revisarlo y filtrar la solución en la que se encuentra el precipitado.

Al hacer la titulación con el ácido nítrico debe tenerse cuidado extremo de no pasarse de la misma.

PREPARACION DE SOLUCIONES.- La solución de permanganato de potasio debe prepararse disolviendo la cantidad adecuada de cristales en agua caliente, después enfriar y en seguida llevar al volumen deseado.

El ácido sulfuroso al 6% se usa tal como se recibe del proveedor.

La solución de molibdato de amonio se prepara de la siguiente manera:

Disolver los siguientes reactivos y llevarlos en un matraz aforado - a un litro con agua destilada.

Molibdato de amoni .....	71.74	gramos.
Nitrato de amonio .....	65.23	"
Hidróxido de amonio .....	73.04	"

La solución de sosa se prepara disolviendo 10 gramos de hidroxido de sodio en un litro de agua.

La solución de  $\text{HNO}_3$  se prepara disolviendo 12 ml. de  $\text{HNO}_3$  en un litro de agua.

NOTA.- La solución de sosa y la solución de ácido nítrico deben neutralizarse con volúmenes iguales, para lo cual se agregará agua destilada a una u otra hasta alcanzar dicho punto.

## 8) CROMO

ANALISIS.- Ataque con ácido perclórico.

USO.- Cuando el contenido de cromo en los aceros no excede del ---- 2.50%, la determinación es directa, es decir, se pesa un gramo de muestra, se procede al análisis, siendo el resultado de los cálculos el % de cromo. Este método es aplicable a cualquier tipo de acero, inclusive a los inoxidable, - haciendo sólo una ligera modificación consistente en pesadas menores.

PROCEDIMIENTO.- Pesar un gramo de muestra exactamente y colocarlo - en un matraz erlenmeyer de 500 ml.; agregar 30 ml. de ácido perclórico y 30 - ml. de agua (o lo que es lo mismo 40 a 60 ml. de ácido perclórico 1:1), calen- tar sobre la placa caliente en forma suave hasta que se ataque completamente- la muestra y después llevar a la parte más caliente de la placa hasta que se- desprendan los vapores del ácido perclórico por espacio de un minuto; con és- to queda bastante seco el precipitado que se forma al retirar el matraz y po- nerlo en la placa fría. Agregar unos 100 ml. de agua destilada fría, lavando las paredes del matraz y ponerlo al calor hasta que se inicie la ebullición;- permitir que hierva unos 15 segundos y después enfriar. Ya fría la solución, agregarle una ampolla de 25 ml. de sulfato ferroso amoniacal y titular el ex- ceso de éste reactivo con solución de permanganato de potasio. El punto fi- nal de la titulación está dado por la aparición de un color rosa (rosa muy pá- lido).



CALCULOS.- Factor (c.c. de testigo - c.c. gastados de permanganato de potasio) = %Cr.

TESTIGO.- Es igual a los c.c. gastados de permanganato de potasio - en titular 25 ml. de sulfato ferroso amoniacal.

FACTOR.- El factor se determina dividiendo 5.1746 que es un valor - constante debido a los cálculos estequiométricos, entre el valor resultante de la estandarización de la solución de permanganato de potasio. Si tomamos el valor usado en el ejemplo del manganeso (49.1 ml.) tendremos los siguientes resultados:

$$\frac{5.1746}{49.1} = 0.1053 = \text{factor para cromo.}$$

NOTA: Las soluciones empleadas para la titulación son las mismas empleadas en el caso del manganeso por el método del bismutato de sodio, sulfato ferroso amoniacal.

## 9) COBRE

ANALISIS.- Método iodométrico.

USO.- Este método se recomienda para el análisis de cobre en cualquier tipo de acero, ya que da resultados satisfactorios.

PROCEDIMIENTO.- Depositar en un vaso de 250 ml. provisto de un vidrio de reloj un gramo de muestra (exactamente pesado) y atacarlo con 50 ml. de ácido sulfúrico 1:4; agitar. Calentar hasta disolución completa de la muestra; agregar en caliente 2.5 g. de tiosulfato de sodio, con lo que aparecerá un color amarillo verdoso. Calentar; si se forma una nata negra, la muestra sí contiene cobre y se debe de continuar el análisis.

Diluir a 100 c.c. con agua destilada fría y proseguir calentando -- unos 5 minutos, coloreándose la nata de un verde amarillento quedando la solución azulosa; filtrar, lavar con agua caliente hasta la eliminación del ácido sulfúrico, para lo cual se usa como indicador anaranjado de metilo. El precipitado se calcina a 1000°C. durante una hora.

En su respectivo vaso poner el calcinado; agregarle 5 c.c. de ácido perclórico y unos 100 c.c. de agua; hervir y enfriar; agregar ahora 4 g. de fluoruro de sodio, que producirá un color amarillo debil. Calentar; con este calentamiento se producirá un cambio de coloración a café. Enfriar para poder agregar 4 g. de ioduro de potasio; agitar, poner 5 c.c. de solución de al

midón (de la usada para determinar azufre) y titular con la solución valorada de tiosulfato de sodio. El punto final de la titulación queda determinado -- cuando desaparece el color oscuro totalmente.

Como puede variar el factor de la solución con el paso del tiempo, - se debe correr un estandar al mismo tiempo que se determina el problema.

Dicho estandar será cobre electrolítico, ya que su pureza es del orden de 99.99%. La determinación se hace como sigue:

Pesar 0.1 g. de muestra (cobre electrolítico) y disolverlo con 40 c. c. de ácido nítrico 1:1 y en caliente. Enfriar un poco y aforar en un matraz de 100 ml.; tomar una alícuota de 10 ml. y pasarlos a un vaso de 250 ml.; - - agregarle 10 c.c. de ácido perclórico con. y 30 c.c. de agua destilada; calentar. Enfriar después que llegue el punto de ebullición y ya tibio agregar -- 4 g. de fluoruro de sodio; enfriar nuevamente ahora a 20°C. y agregar 4, g. - de ioduro de potasio. Usar como indicador solución de almidón y titular con solución valorada de tiosulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).

PRECAUCIONES.- No agregar el ioduro de potasio al correr el estan-- dar en caliente, pues se desprenderán vapores de iodo, con lo cual se echo - a perder el análisis. La pesada del estandar debe ser con la máxima precisión. Al titular tener especial cuidado de no excederse al agregar el tiosulfato de sodio ya que no es posible poder determinar el exceso.

CALCULOS.- Los resultados de las determinaciones pueden obtenerse - por varios procedimientos, de los cuales aquí se menciona uno:

Se considera que en la parte alícuota que se tomó, es decir, en los-  
10 c.c. de solución se tomaron 10 m.g. de muestra; suponiendo un gasto de - -  
19.7 ml. de tiosulfato de sodio se tiene lo siguiente:

10 mg. gastan 19.7 ml.  
1000 mg. gastan 1970 ml.

En esos 1000mg. de estandar, se considera que hay 100% de cobre; si-  
la lectura al correr el problema es igual a 13.8 c.c. de tiosulfato de sodio:

Estandar	1970	c.c.	_____	100% Cu.
Muestra	13.8	c.c.	_____	X % Cu.

$$X = \frac{13.8 \text{ por } 100}{1970} \quad X = 0.7 \% \text{ Cu.}$$

PREPARACION DE SOLUCIONES: Practicamente la única solución que se -  
prepara es la que servirá para titular, o sea la de tiosulfato de sodio.

En un matraz aforado de un litro poner 3.2 g. de tiosulfato de sodio  
y 1 g. de carbonato de sodio, disolverlos con agua caliente, dejar enfriar y-  
posteriormente aforar con agua fría.

## 10) COBRE

ANALISIS.- Método colorimétrico.

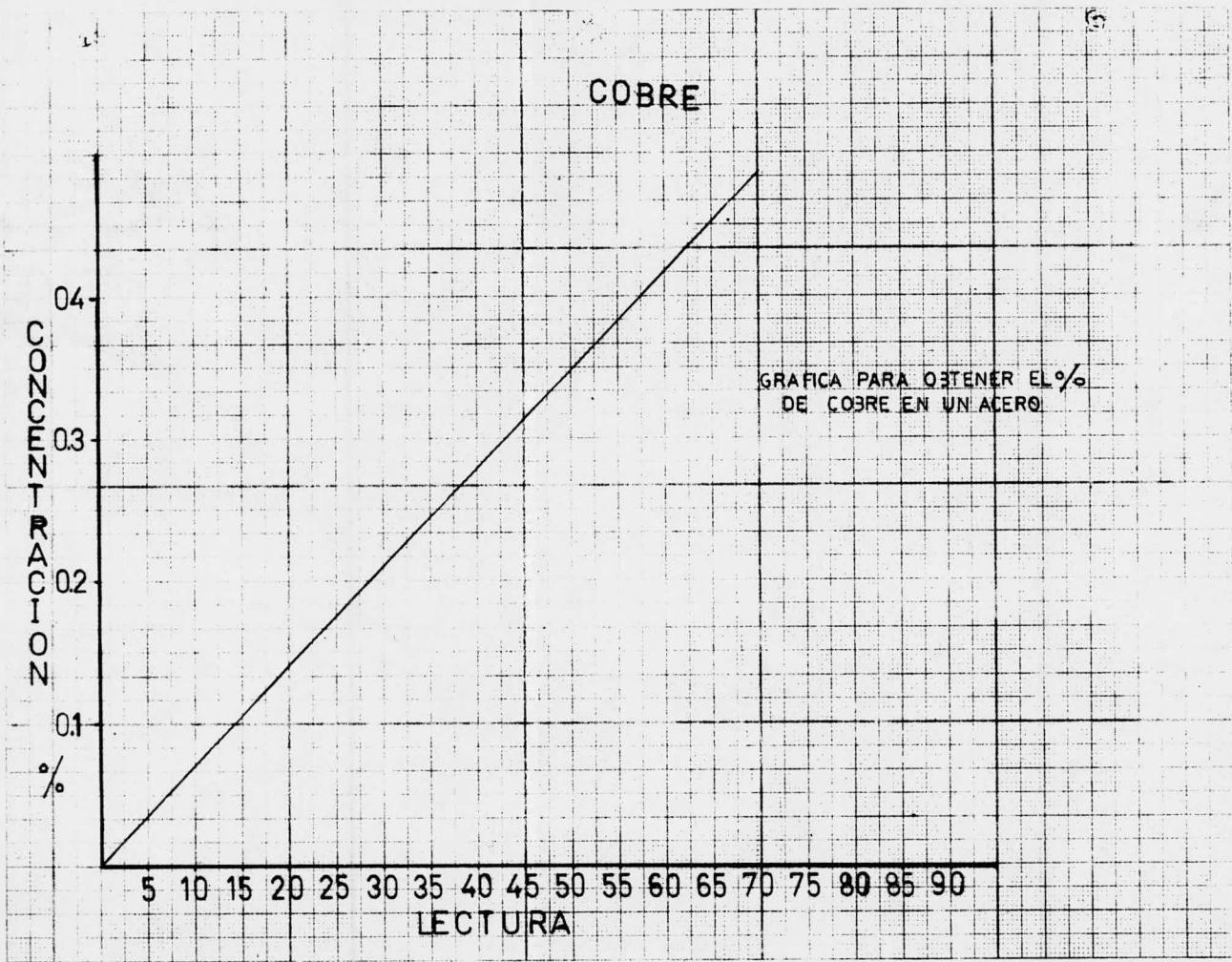
USO.- Este método es favorable para ser utilizado en cualquier tipo de acero.

PROCEDIMIENTO.

- 1.- Pesar exactamente 5 g. de muestra y disolverlos en un vaso de precipitados de 400 ml. con 60ml. de ácido clorhídrico concentrado.
- 2.- Oxidar con 5 ml. de ácido nítrico concentrado.
- 3.- Hervir ligero durante una hora.
- 4.- Pasar a un matraz volumétrico de 250 ml.
- 5.- Enfriar.
- 6.- Agregar poco a poco hidróxido de amonio (110 ml.)
- 7.- Enfriar.
- 8.- Aforar con agua destilada hasta la marca.
- 9.- Agitar.
- 10.- Filtrar con papel filtro Whatmann # 41 en un vaso de precipitados seco.
- 11.- Pasar a una celda para colorímetro y tomar la lectura utilizando un filtro de 640 - 700 mmc. (rojo No. 64)

NOTA: La curva para leer el contenido de cobre en un acero se trazó

utilizando el estandar 362 NATIONAL BUREAU OF STANDARDS con un contenido de - 0.50% de cobre y siguiendo exactamente el mismo procedimiento de análisis antes descrito, con las disoluciones convenientes para obtener cinco puntos.



## 11) PLOMO

ANALISIS.- Método del sulfuro - molibdato.

USO.- Este método se usará para aceros que contienen más de 0.10% - de plomo.

PROCEDIMIENTO.- Pesar de 5 g. a 10 g. de rebaba de acero, se coloca en un vaso de precipitados de 600 ml., y se ataca con 50 ó 100 ml. de ácido - clorhídrico 1:1, hasta disolución de la muestra. Cuando la muestra se encuentra disuelta, evaporar la solución hasta sequedad para expulsar el exceso de ácido, pero sin quemar dicha muestra. Agregar 400 ml. de agua caliente y colocar el vaso de precipitados en la placa caliente, agitando ocasionalmente, hasta que las sales de hierro se hayan disuelto totalmente. Agregar 10 g. de cloruro de amonio, y pasar rápidamente una corriente de ácido sulfídrico, a través de la solución durante diez minutos, filtrar a través de papel filtro-Whatmann # 41 H y lavar con solución lavadora fría de sulfuro de hidrógeno.

Disolver el sulfuro de plomo en ácido nítrico caliente 1:1, recibir en la solución en un vaso de precipitados de 250 ml., y lavar el papel filtro con agua caliente. El filtrado y lavados no deben exceder de un volumen de - 100 ml. Agregar 2 g. de ácido tartárico. Cuando el ácido ha disuelto, neutralizar la solución con hidróxido y agregar 5 ml. más de exceso por cada 100 ml. de solución. Calentar la solución a ebullición, agregar 10 ml. de molibdato de amonio, y continuar la ebullición hasta que coagule el molibdato de - plomo. ( $PbMoO_4$ ).



Filtrar a través de un filtro de poro cerrado conteniendo pulpa y lavar con agua caliente ligeramente amoniacal ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$  50g. por litro).

Transferir el papel con el precipitado a un crisol de cuarzo o de -- porcelana tarado, y calcinar a peso constante en horno de mufla a una temperatura de 600 a 650°C. Enfriar en un desecador y pesar como  $\text{PbMoO}_4$ .

CALCULOS:

$$\% \text{ de Pb} = \frac{A \text{ por } 0.564}{B} \text{ por } 100.$$

En donde A = Gramos de  $\text{PbMoO}_4$

B = Gramos empleados en la pesada.

## 12) SILICIO EN FERROSILICIO

ANALISIS. Fusión con peróxido de sodio.

USO.- Para determinar silicio en ferrosilicio

PROCEDIMIENTO.- Se pesan 0.5 g. de muestra de ferrosilicio y se lleva a un crisol de hierro de 50 ml., se agregan aproximadamente 8 g. de peróxido de sodio y se mezcla por medio de un alambre de platino, se limpia cuidadosamente el alambre con una varilla de vidrio y se cubre la mezcla con 2 g. de peróxido de sodio. Se calienta el crisol suavemente para eliminar toda traza de humedad (15 a 20 minutos). Cuidadosamente se comienza la fusión sobre la flama de un mechero Busen para lograr una fusión tranquila. Cuando todo el contenido del crisol está fundido se gira para que se mezcle bien cualquier partícula que esté sin atacar, y se eleva la temperatura a que el crisol tome un color rojo brillante, se mantiene en estas condiciones durante 1 minuto y se deja enfriar. Una vez frío se golpea el crisol contra una placa de hierro o algún otro objeto sólido para separar la masa fundida. Se pasa el contenido del crisol a una cápsula de porcelana de 275 ml., se cubre con un vidrio de reloj y se añaden cuidadosamente 50 ml. de agua destilada. Cuando cesa la reacción se recoge con un poco de agua cualquier partícula pequeña que pudiera tener adherida y se vierte en la cápsula de porcelana. Se enfría y se agregan 25 ml. de ácido sulfuroso al 6% para prevenir el ataque de la porcelana al agregar el ácido clorhídrico. Se enfría y se agregan cuidadosamente 25 a 30 ml. de ácido clorhídrico y se evapora a sequedad vigilando que la tempera-

tura en ningún momento pase de 100°C (Es conveniente usar una lámpara infra-roja).

Cuando el residuo está seco se deja enfriar y se agregan 20 ml. de ácido clorhídrico concentrado, se mezcla y se calienta nuevamente por algunos minutos. Se diluye a 200 ml. con agua destilada caliente y se mantiene a calor suave por 5 minutos, se filtra a través de un papel filtro con pulpa (sin cenizas) y se lava aproximadamente ocho veces con ácido clorhídrico caliente-5:95 y finalmente con agua caliente, se reserva el papel filtro y precipitado, y la solución que deberá recibirse en otra cápsula de porcelana, se evapora nuevamente a sequedad sin pasar la temperatura de 100°C, se enfría y se añaden 20 ml. de ácido clorhídrico, se mantiene el calor suave durante 10 minutos y se lleva el volumen a 200 ml. con agua destilada caliente, se filtra inmediatamente a través de papel filtro con pulpa (sin cenizas) y se lava ocho veces con solución de ácido clorhídrico 5:95 y después con agua caliente hasta que no den reacción de cloruros los lavados. Se colocan los dos papeles filtro y los residuos en un crisol de platino de 50 ml. y se calienta durante 15 a 30 minutos a 200°C aproximadamente, se pone la tapa al crisol y se lleva de 500 a 600°C hasta que el papel se ha quemado bien sin inflamarse y gradualmente se eleva la temperatura hasta lograr calcinación completa a una temperatura de 1100 a 1150° centígrados durante 25 minutos. Se enfría en un desecador y se pesa el crisol, se añade ácido sulfúrico 1:1 hasta humedecer el residuo del crisol y se agregan 5 ml. de ácido fluorhídrico concentrado. Se evapora a sequedad, se calcina a 1000°C, se enfría y se pesa; la pérdida de peso corresónde a la sílice presente.

NOTA:- El procedimiento de análisis indicado es aplicable a ferrosiu

licio con un contenido de 50 a 65 % de silicio, cuando el ferrosilicio sea de 75% o más, la fusión se debera efectuar con 8 g. de peróxido de sodio y 4 g.- de carbonato de sodio para cubrir la mezcla.

CALCULOS: El contenido de silicio se calcula como sigue:

$$\% \text{ Si} = \frac{(A-B) \times 0.4675}{C} \times 100$$

A = Gramos de Sílice

B = Gramos de Sílice obtenido en una prueba "testigo" que se deberá correr al mismo tiempo que muestra.

C = Gramos de muestra empleados.

13) MANGANESO EN FERROMANGANESO Y  
SILICOMANGANESO

ANALISIS.- Método del bismutato de sodio.

PROCEDIMIENTO.- Se pesan 0.25 g. de la muestra y se llevan a un matraz erlenmeyer, se añaden 15 ml. de ácido nítrico (1:3) y se calienta cuidadosamente hasta disolución de la muestra. Se añaden 8 ml. de ácido perclórico al 70% y se lleva a ebullición hasta que desprenda abundantes humos blancos y densos y separación del bióxido de manganeso. Se debe de aplicar calor al matraz de tal manera que el ácido perclórico refluje por las paredes del matraz y no se pierda gran cantidad. Se enfría y se añaden 5 ml. de agua y 25 ml. de ácido nítrico (1:3), se llevan a la ebullición por varios minutos hasta expeler los vapores de cloro y se agrega gota a gota el ácido sulfuroso al 6% para disolver el bióxido de manganeso, se continúa la ebullición por tres minutos más; se enfría a la temperatura ambiente y se agregan 225 ml. de ácido nítrico (2:5) y agua para alcanzar un volumen total de 250 ml., se enfría a 10 - 15°C. y se añaden aproximadamente 7 g. de bismutato de sodio, se agita durante un minuto, se agregan 250 ml. de agua fría y se filtra inmediatamente a través de asbesto, lavando filtro y residuo con solución recientemente hervida de ácido nítrico (3:97) hasta que los lavados sean incoloros.

Se agregan 9 g. de sulfato ferroamónico a la solución filtrada, se agita hasta que la reacción de reducción termina y se agregan unas gotas del indicador de orto - fenantrolina titulando el exceso de sulfato ferroamónico -

con solución valorada de permanganato de potasio 0.1N a un color verde que --  
persiste cuando menos 30 segundos.

Para el análisis de silicomanganeso con 60 - 70 % de manganeso se de  
be emplear 0.3 g. de muestra y 1 g. cuando este contenido sea de 20 - 25%.

Se debe efectuar además, la siguiente modificación al procedimiento-  
de análisis.

Se pesa la muestra y se lleva a una cápsula de platino, se agran 10-  
ml. de ácido fluorhídrico y cuando la reacción se vuelve moderada se agregan-  
unas gotas de ácido nítrico hasta lograr la disolución de la muestra, se agre  
gan 8 ml. de ácido perclórico al 70% y se evapora hasta la aparición de humos  
densos y separación de bióxido de manganeso, se enfría y se lleva a un matraz  
erlenmeyer, se lleva a ebullición por varios minutos hasta expeler los vapo--  
res de cloro y se enjuaga la cápsula de platino con 25 ml. de ácido nítrico -  
(1:3) y suficiente ácido sulfuroso para disolver el bióxido de manganeso; se-  
continúa la ebullición por tres minutos más, se agregan 225 ml. de ácido ní--  
trico (2:5) y el agua necesaria para llevar a un volumen de 250 ml., se en- -  
fría a 10 - 15% C. y se continúa como el procedimiento anterior a partir de -  
la adición del bismutato de sodio.

PRUEBA EN BLANCO.- Se efectúa una prueba en blanco usando el mismo-  
procedimiento y utilizando las mismas cantidades de todos los reactivos.

CALCULOS.- El contenido de manganeso se calcula como sigue:

$$\% \text{ Mn} = \frac{(A - B) - (A - C) \cdot 0.0110}{D} \times 100$$

- A = Mililitros de solución 0.1N de permanganato de potasio necesarios para la cantidad añadida de sulfato ferroamónico.
- B = Mililitros de solución 0.1N de permanganato de potasio gastados para titular el exceso de sulfato ferroamónico durante la determinación.
- C = Mililitros de solución 0.1N de permanganato de potasio gastados para titular el exceso de sulfato ferroamónico en la prueba en blanco.
- D = Gramos de la muestra empleados.

## CAPITULO V

## CONCLUSIONES

Con base a lo expuesto en el presente trabajo se concluye la necesidad del análisis químico como un medio para lograr un control de calidad efectivo en la manufactura de aceros, así como la instalación de un laboratorio de control con la planificación adecuada tanto en su ubicación como en la selección de los aparatos para llevar a cabo dichos análisis, así como los métodos tomándose en cuenta la eficiencia, rapidez y economía.



## BIBLIOGRAFIA

- 1) Comité Consultivo Nacional de Normalización de la Industria Siderúrgica.  
Norma de Análisis Químico para determinar la composición de Ferroaleaciones.- México, 1969.
- 2) F. T. Sisco.  
The Technical Analysis of Steel  
Mc Graw - Hill Co. New York.
- 3) G. H. Ayres and F. Smith  
Ind. & Eng. Chem. Anal.
- 4) Hillebrand W. F. y G. E. F. Lundell  
Applied Inorganic Analysis  
Jhon Wiley and Sons. 1951 New York.
- 5) Kolthoff I. M. y E. B. Sandell  
Text book of Quantitative Inorganic Analysis  
Mc Millan Co. 1952 New York
- 6) Sandell E. B. Colorimetric determination of metals  
1950. New York.
- 7) Snell and Snell  
Colorimetric methods of analysis  
D. Van Nostrand Co. Inc., New York. Vol. 2.  
(Thrirod Edition)



IMPRESO en los TALLERES de EDITORIAL QUETZALCOATL, S. A.  
Medicina # 37 local 1 y 2, entrada por Paseo de las Facultades, frente  
a la Facultad de Medicina de Ciudad Universitaria, México 20, D. F.  
Tels: 548-61-80 y 548-56-56