

NORMA DE ENSAYO
DEL
LABORATORIO DEL TRANSPORTE
Y MECANICA DEL SUELO
"JOSE LUIS ESCARIO"

NLT-189/72

Destilación de alquitranes

1. OBJETO

- 1.1. Esta norma describe el procedimiento a seguir para efectuar el ensayo de destilación de alquitranes.
- 1.2. En este ensayo se determinan tres fracciones de destilados, siendo esencial que los detalles del método se sigan estrictamente, con objeto de obtener resultados reproducibles. La cantidad de muestra que se destila es de 750 g, con objeto de obtener fracciones de destilados suficientes para la determinación de fenoles, naftalina, etc.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Aparato de destilación, compuesto de:
 - 2.1.1. Matraz de destilación.—Un matraz de destilación de vidrio resistente al fuego, cuya forma, capacidad y dimensiones se detallan en la figura 1 y en la tabla I. Este matraz coincide con la especificación B.S. 571, referencia S.T.P.T.C. F 8.
 - 2.1.2. Termómetro.—Un termómetro para el matraz de destilación, con escala desde -2 a 400 °C, referencia S.T.P.T.C. T4c, con las características siguientes:

| Escala | Graduación | Longitud total máxima | Longitud mínima de la escala | Error máximo |
|--------------|------------|-----------------------|------------------------------|--------------|
| °C | °C | mm | mm | °C |
| -2 a 400 | 1 | 430 | 250 | $\pm 4,0$ |

La colocación del termómetro en el matraz de destilación se hará de tal forma que el comienzo del tubo capilar quede al nivel del borde inferior del tubo de salida.

- 2.1.3. Protector.—El protector será de chapa metálica y sección rectangular, del tipo chimenea y con la forma y dimensiones detalladas.

das en la figura 2. Lleva además una pantalla o repisa interior colocada horizontalmente, de asbesto duro y de 6 mm de espesor, apoyada en cuatro soportes fijos, situados en los cuatro ángulos de la chimenea, con un orificio central circular de 110 mm de diámetro para el matraz de destilación; las dimensiones de esta pantalla se adaptarán a las interiores de la chimenea, con objeto de evitar que los gases calientes se pongan en contacto con las paredes laterales del matraz.

Cada una de las caras mayores del protector lleva dos orificios circulares situados debajo de la pantalla, una ranura junto a la base de la chimenea y otra vertical en su parte superior, para dar salida al tubo de destilación; la ranura que no se utilice se cubrirá durante el ensayo con una chapa rectangular de 50 x 110 milímetros.

En una de las caras pequeñas se dispondrá una ventana deslizable, de vidrio resistente al calor, y en la otra dos orificios circulares análogos a los de las caras mayores.

- 2.1.4. Refrigerante.—Un refrigerante de aire, consistente en un tubo recto, de vidrio resistente al calor, con las siguientes dimensiones:

| | |
|--------------------------|--------------|
| Diámetro interno | 20 ± 1 mm |
| Longitud total | 600 ± 10 mm |
| Espesor de paredes | 1,0 a 1,5 mm |

Un extremo del tubo estará cortado normalmente a su eje y el otro formando un ángulo de 45 grados.

- 2.1.5. Colectores.—Se dispondrá de probetas para recogida de destilados, de 25 y 100 cm³ de capacidad. Las probetas de 25 cm³ van graduadas en 0,5 cm³ y las de 100 cm³ en centímetros cúbicos. Su forma y dimensiones se especifican en la figura 3 y sus tolerancias de capacidad son:

Colector de 25 cm³

Error máximo total y entre divisiones, hasta 2,5 cm³. ± 0,04 cm³
 Error máximo total y entre divisiones, de 2,5 a 25 cm³. ± 0,1 cm³

Colector de 100 cm³

Error máximo total y entre divisiones, hasta 10 cm³. ± 0,2 cm³
 Error máximo total y entre divisiones, de 10 a 100 cm³. ± 0,4 cm³

- 2.2. Soporte metálico, con abrazadera, para el refrigerante.
 2.3. Mechero de gran poder calorífico.

3. PROCEDIMIENTO

3.1. Preparación de la muestra.

- 3.1.1. Si el material a ensayar contiene menos de un 0,5 por 100 de agua, determinada según la norma NLT-123/72, el ensayo de

destilación se realiza con el material tal y como se recibe, después del tratamiento preliminar descrito en el apartado 3 de la norma NLT-187/72.

3.1.2. Si la proporción de agua excede al 0,5 por 100, es preciso deshidratar la muestra antes de proceder al ensayo de destilación. La deshidratación se realiza en un aparato análogo al empleado en el ensayo de destilación, destilando unos 1000 cm³ de muestra en un matraz de dimensiones apropiadas, hasta eliminar el agua. Se deja en reposo el destilado, calentando suavemente, si fuera preciso, el colector para separar el agua de los aceites que pudieran también haber destilado. Cuando, tanto la muestra como el colector, están a la temperatura ambiente, se separa el agua de los aceites destilados y éstos se añaden de nuevo al matraz, agiándolo hasta homogeneizar su contenido. Con la muestra ya deshidratada se puede proceder directamente al ensayo de destilación.

3.2. Ensayo de destilación.

3.2.1. Se pesan en el matraz de destilación 750 ± 1 g de muestra, se coloca el termómetro y se monta el aparato. El matraz debe ajustarse exactamente en el hueco central que lleva la pantalla del protector y su tubo lateral de salida sobresaldrá 25 mm del corcho en el interior del refrigerante. En el otro extremo del refrigerante se coloca el colector, de tal forma que el destilado resbale por la cara interior de la probeta.

3.2.2. La velocidad de calentamiento se regula para que se alcancen los 200 °C en el matraz en 35 ± 5 minutos desde el comienzo del ensayo. Si esto no es posible, bien por formación de espuma o por fenómenos de condensación de agua en el cuello del matraz, se puede éste calentar por su parte superior con una llama no luminosa. Debe anotarse, en este caso, el tiempo transcurrido hasta alcanzar la temperatura de 200 °C. En todo caso, esta calefacción auxiliar no se empleará si se han rebasado ya los 200 °C.

3.2.3. Es esencial mantener una velocidad de destilación constante durante todo el ensayo (Nota 1). Aunque es importante que esta velocidad sea la especificada, es preferible evitar fluctuaciones en la velocidad de destilación, a procurar obtener una velocidad media determinada. La velocidad a que se debe llevar la destilación será de 5 cm³/minuto y, como comprobación de uniformidad durante el ensayo, se anotan los tiempos en que destilan cada 5 cm³. Este tiempo debe estar comprendido entre 54 y 66 segundos, aunque este intervalo puede ampliarse entre 50 y 70 segundos, siempre que la diferencia entre dos intervalos cualesquiera de destilación de 5 cm³ no exceda de 5 segundos.

3.2.4. Se recogen tres fracciones de destilados, hasta 200 °C, de 200 a 270 y de 270 a 300 °C. Normalmente, el colector de 25 cm³ es suficiente para la primera fracción y los colectores mayores

para las restantes. Estos colectores mayores deben calentarse inmediatamente antes de su utilización.

Las dos primeras fracciones se recogen cuando la temperatura de destilación alcance exactamente los 200 y 270 °C, respectivamente, y sin alterar o interrumpir la marcha normal de la destilación. Para obtener la fracción a 300 °C se opera de la forma siguiente: se corta el mechero en el instante en que se alcance esta temperatura y se esperan 5 minutos antes de retirar el colector, recogiendo así, además, en esta fracción los aceites destilados que escurren del refrigerante durante este período de tiempo. Si se depositan sólidos durante la destilación en el refrigerante, se calentará éste con una llama pequeña para arrastrarlos a la fracción correspondiente.

Nota 1.—La velocidad especificada de destilación corresponde, aproximadamente, a 90 gotas por minuto, o 3 gotas cada dos segundos, por lo que es conveniente observar periódicamente este recuento moviendo ligeramente el colector.

4. CALCULOS

- 4.1. Si se desean conocer solamente los resultados del ensayo de destilación se precisan:
 - 4.1.1. Tara de cada uno de los colectores empleados.
 - 4.1.2. Tara del matraz de destilación.
 - 4.1.3. Masa, en g, de la muestra.
 - 4.1.4. Masa, en g, de la fracción de destilado hasta 200 °C. Si ha destilado agua juntamente en esta fracción, se mide su volumen en la probeta y se calcula su peso asignándole una densidad relativa de 1,00. El peso de esta fracción de destilado se calcula así por diferencia.
 - 4.1.5. Masa, en g, de la fracción de destilado entre 200 y 270 °C.
 - 4.1.6. Masa, en g, de la fracción de destilado entre 270 y 300 °C.
- 4.2. Si posteriormente se van a determinar fenoles, NLT-190/72, se reservarán las fracciones de destilados hasta 200 °C y de 200 a 270 °C.
- 4.3. Igualmente se reservará el contenido del matraz después del ensayo, si se quiere determinar el punto de reblandecimiento del residuo de destilación, NLT-125/72.

5. RESULTADOS

- 5.1. Se calcularán los tantos por ciento en peso respecto a la muestra total de alquitrán, de cada una de las fracciones de destilado.
- 5.2. Con cada muestra de alquitrán se realizarán dos ensayos de destilación. Si llamamos a y b a los valores obtenidos, según 5.1, para las fracciones

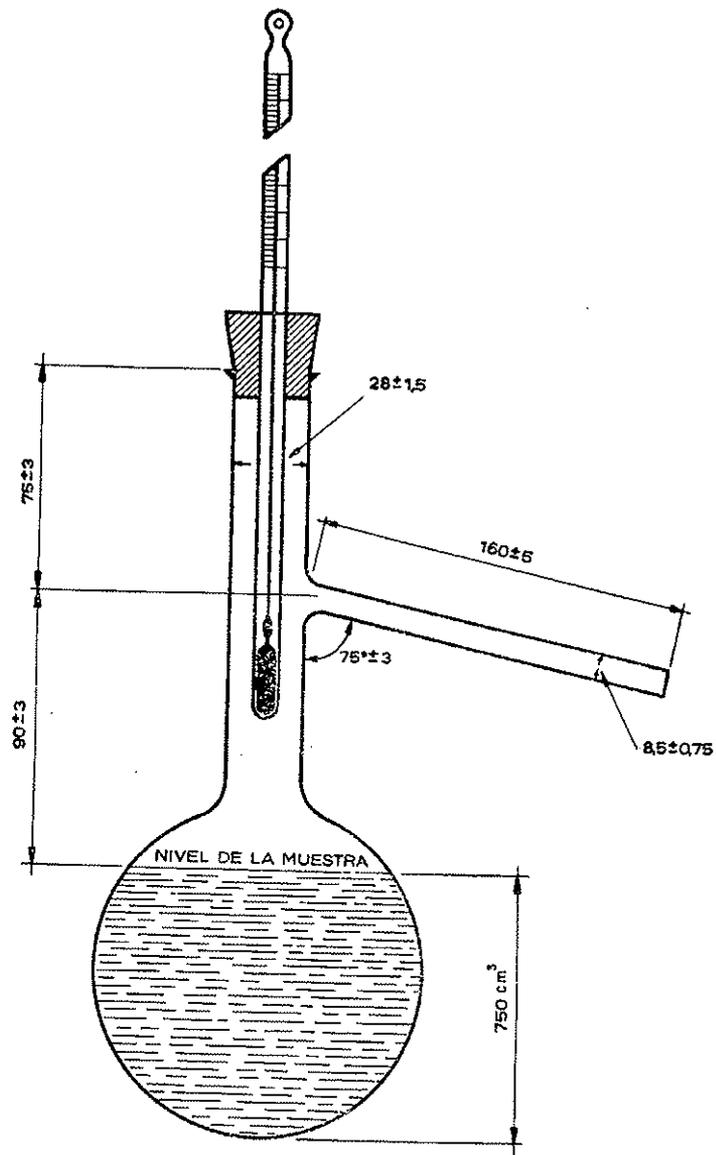
de 200 a 270 °C, y de 270 a 300 °C, respectivamente, los resultados de ambas determinaciones no diferirán en más de:

| | |
|------------------|---------|
| Fracción a | ± 0,5 % |
| Fracción b | ± 0,5 % |
| a + b | ± 1,0 % |

5.3. Los resultados se expresarán calculando el valor medio de ambas determinaciones para cada fracción de destilado.

6. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

6.1. Esta norma concuerda esencialmente con la "Serial núm.: R.T. 5-57" del Comité para la Normalización de ensayos de Productos de Alquitrán (S.T.P.T.C.).



COTAS EN mm

Fig. 1. — Matraz de destilación (S. T. P. T. C. F-8).

TABLA I. — Características del matraz de destilación.

| | |
|--|-----------|
| Referencia S.T.P.T.C. | F8 |
| Capacidad del bulbo, cm ³ | 975 |
| Distancia desde la base al centro del tubo lateral, mm | 176,5 |
| Diámetro externo del bulbo, mm | 125,5 |
| Espesor del vidrio, mm | 1,0 a 1,5 |

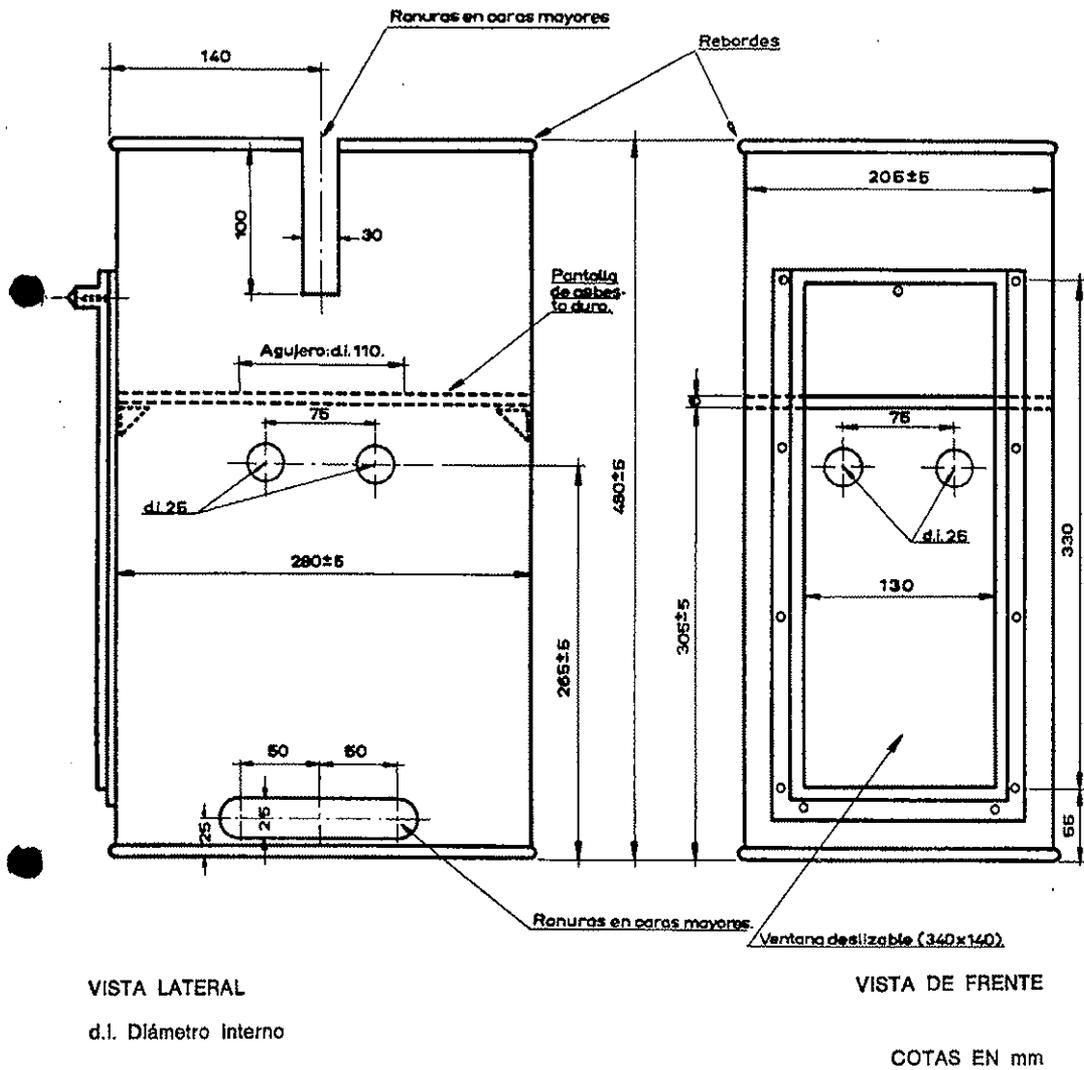


Fig. 2. — Protector metálico para el matraz de destilación.

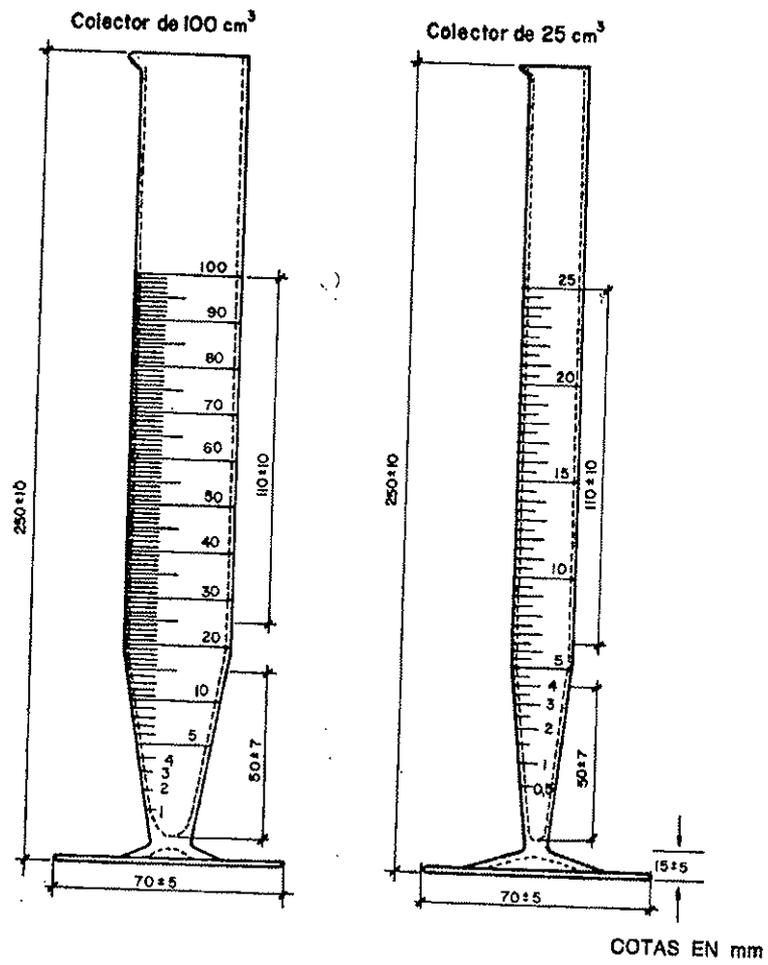


Fig. 3. — Colectores para destilados.