

**Método para la realización del ensayo de
destilación de alquitranes**

NLT-189/63

1. OBJETO

- 1.1. Esta Norma recoge 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 gr., con objeto de obtener fracciones de destilado suficientes para la determinación de fenoles, naftalina, etcétera.

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 fig. 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, Ref. S. T. P. T. C. - T4c, con las características siguientes:

Normas S. T. P. T. C. para termómetro. Ref. T4c.

Escala	Gradua- ción	Longitud total máxima	Longitud mínima de la escala	Error máximo	Límites de exactitud
° C.	° C.	cm.	cm.	° C.	° C.
-2 a 400	1	43	25	$\pm 4,0$	$\pm 0,5$

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 en la fig. 2. Lleva además una pantalla o repisa interior colocada horizontalmente, de asbesto duro y de seis milímetros de espesor, apoyada en cuatro soportes fijos,

situados en los cuatro ángulos de la chimenea, con un orificio central circular de 110 milímetros 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 inferior, para dar salida al tubo de destilación; la muesca que no se utilice se cubrirá durante el ensayo con una chapa rectangular de 50 × 110 milímetros.

En una de las caras pequeñas se dispondrá una ventana deslizante, 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°.

- 2.1.5. *Colectores.*—Se dispondrá de probetas para recogida de destilados, de 25 y 100 ml. de capacidad. Las probetas de 25 ml. van graduadas en 0,5 ml., y las de 100 ml. en mililitros. Ambos tipos de colectores concuerdan con la especificación B. S. 605, Referencias V 3 y V 1, respectivamente. Su forma y dimensiones se especifican en la fig. 3, y sus tolerancias de capacidad son:

Colector de 25 ml.

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

Colector de 100 ml.

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

- 2.2. Soporte metálico, con abrazadera, para el condensador.
2.3. Mechero, de tamaño grande.

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-137/63, 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-186/63.
- 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.

Le deshidratación se realiza en un aparato análogo al empleado en el ensayo de destilación, destilando unos 1.000 mililitros 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, agitándolo 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 gr. de muestra, se coloca el termómetro y se monta el aparato. El matraz deberá ajustarse exactamente en el hueco central que lleva la pantalla del protector y su tubo lateral de salida sobresaldrá 25 milímetros del corcho en el interior del refrigerante. En el otro extremo del refrigerante se coloca el receptor, 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. Deberá 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. 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 ml/minuto, y como comprobación de uniformidad durante el ensayo, se anotarán los tiempos en que destilan cada 5 ml. Este tiempo deberá estar comprendido entre 54 y 66 seg., aunque este intervalo podrá ampliarse entre 50 y 70 seg., siempre que la diferencia entre dos intervalos cualesquiera de destilación de 5 ml. no exceda de cinco seg.
- 3.2.4. Se recogen tres fracciones de destilados hasta 200°C . de 200 a 270°C y de 270 a 300°C . Normalmente, el colector de 25 ml. es suficiente para la primera fracción y los colectores mayores para las restantes. Estos colectores mayores deberán calentarse inmediatamente antes de su utilización.

Las dos primeras fracciones se recogerán 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 cinco 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.

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. Peso, en gr., de la muestra.
 - 4.1.4. Peso, en gr., 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 de 1,00 gr./ml. El peso de esta fracción de destilado se calcula así por diferencia.
 - 4.1.5. Peso, en gr., de la fracción de destilado entre 200 y 270° C.
 - 4.1.6. Peso, en gr., de la fracción de destilado entre 270 y 300° C.
- 4.2. Si posteriormente se van a determinar fenoles, NLT-190/63, 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-125/63.

5. RESULTADOS

- 5.1. Se calculan 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 b) y c) 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 b)	± 0,5 %
Fracción c)	± 0,5 %
b) + c)	± 1,0 %

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

6. OBSERVACIONES

- 6.1. 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.

7. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

- 7.1. 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.).

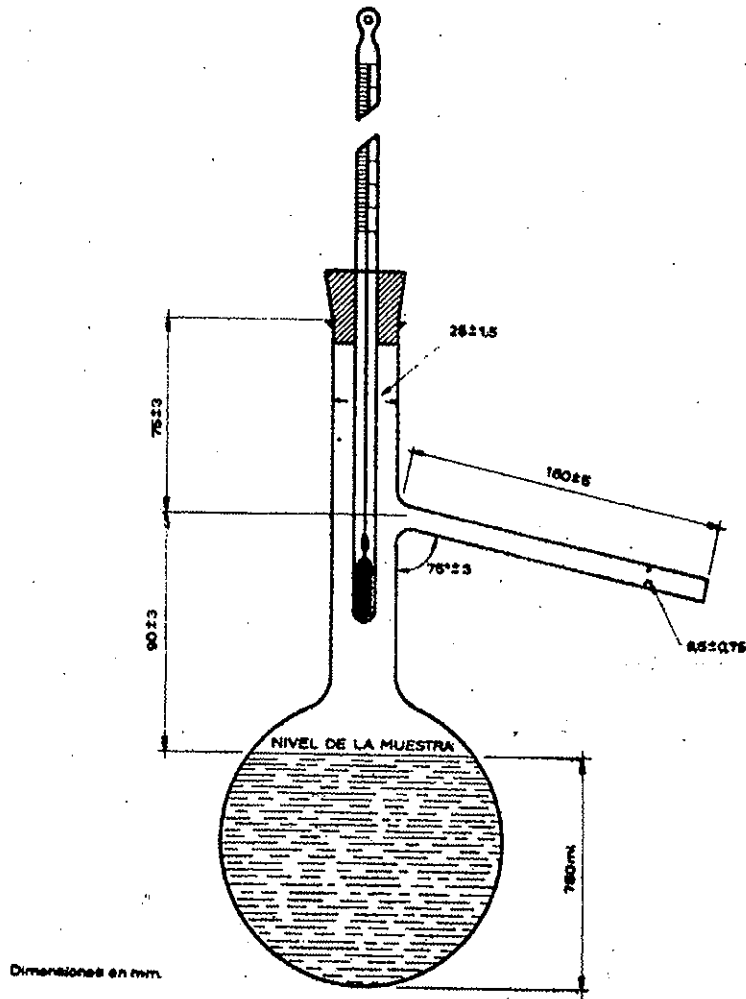


FIG-1-
MATRAZ DE DESTILACION (S.T.P.T.C.F-8).

Referencia S.T.P.T.C.	F8
Capacidad del bulbo, ml.	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

TABLA - I -
CARACTERISTICAS DEL MATRAZ DE DESTILACION.

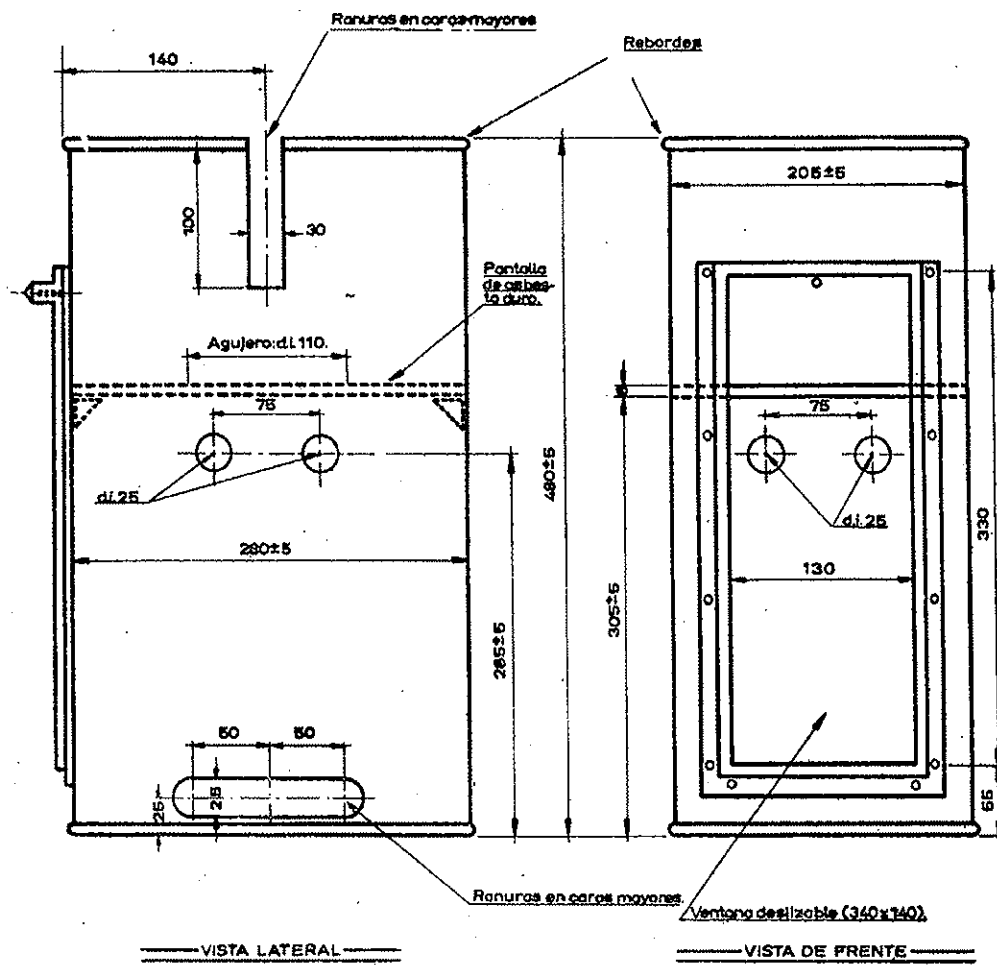
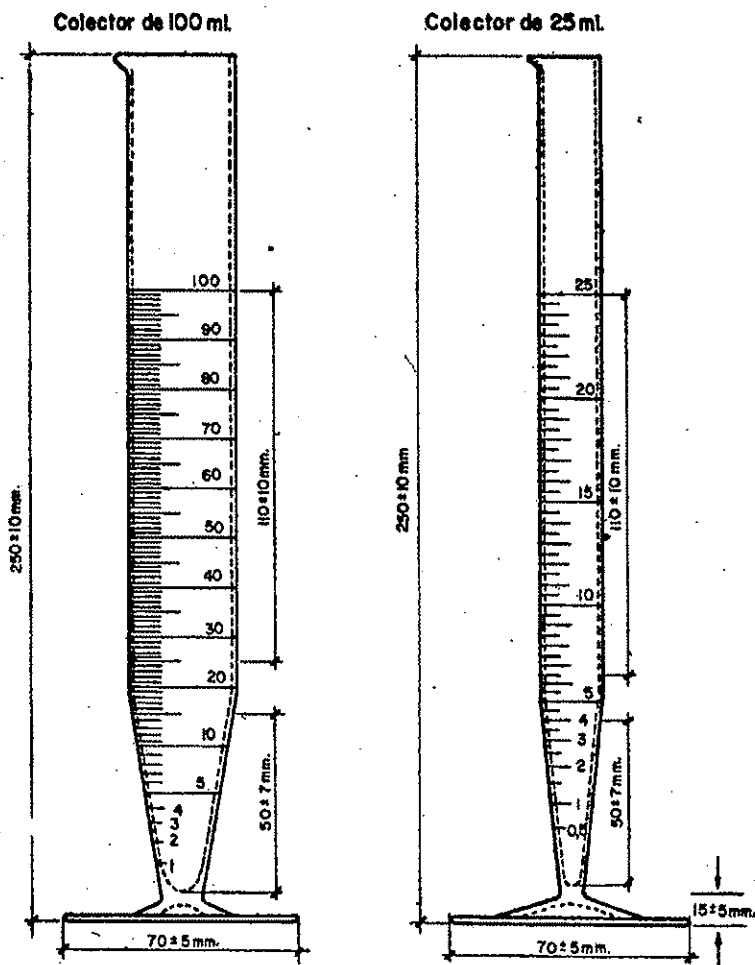


FIG-2-
 PROTECTOR METALICO PARA EL MATRAZ DE DESTILACION.

Dimensiones en mm.

FIG-3--



COLECTORES PARA DESTILADOS.

dimensiones en mm.