

**Método para la determinación de fenoles en
alquitranes**

NLT-190/63

- 1.1. En esta Norma se determinan únicamente los fenoles presentes en los aceites destilados de alquitrán hasta 270° C.

Los fenoles se extraen con hidróxido sódico, hirviendo posteriormente para eliminar aceites neutros y bases; se liberan los fenoles por adición de ácido clorhídrico y se mide su volumen.

2. APARATOS Y REACTIVOS NECESARIOS

- 2.1. Embudo de decantación, con tapón esmerilado.
- 2.2. Vasos de precipitados.
- 2.3. Matraces de fenoles. Dos matraces de 200 ml. de capacidad y 25 ml. en el cuello graduado. B. S. 676 Ref. núm. V5, cuya forma y dimensiones se detallan en la fig. 1, con las siguientes tolerancias:
- | | |
|--|-----------|
| Error máximo de capacidad en cualquier graduación | ± 0,1 ml. |
| Diferencia máxima entre los errores de dos graduaciones | 0,1 ml. |
- 2.4. Solución de hidróxido sódico al 10 por 100. Esta solución deberá filtrarse si no está clara.
- 2.5. Acido clorhídrico concentrado.
- 2.6. Cloruro sódico. Solución saturada y reactivo en polvo.
- 2.7. Indicador naranja de metilo. Solución obtenida disolviendo 0,1 gr. de naranja de metilo en 100 ml. de agua destilada.

3. PROCEDIMIENTO

- 3.1. El total de los aceites destilados hasta 270° C. obtenidos en el ensayo de destilación, NLT-189/63, y calentados, si fuera necesario, hasta consistencia líquida, se pasan al embudo de decantación. Se enjuagan los colectores con un volumen igual de solución de hidróxido sódico, a temperatura comprendida entre 40 y 70° C., que se añade, asimismo, al embudo de decantación. Se tapa el embudo y se agita vigorosamente durante cinco minutos, dejándolo después en reposo.
- 3.2. Después de decantada, se pasa la capa inferior alcalina a un vaso de precipitados. Al resto de la solución que ha quedado en el embudo se le añade una nueva cantidad de solución caliente de hidróxido sódico igual a la cuarta parte de la empleada para el lavado inicial.

Se agita y decanta igualmente y se separa también la fracción alcalina. Se va repitiendo este proceso empleando sucesivamente cantidades de hidróxido sódico iguales a la última empleada, hasta que se han extraído todos los fenoles, lo que se comprueba cuando, acidificando ligeramente con ácido clorhídrico concentrado un lavado, no se aprecia ya separación de fenoles. Se reúnen todas las porciones de lavado.

- 3.3. Debe evitarse un gran exceso de hidróxido sódico, aunque si es conveniente un pequeño exceso para asegurar que la extracción ha sido completa. Como guía puede señalarse que 5 ml. de la solución de hidróxido empleada es suficiente para extraer, aproximadamente, 1 ml. de fenoles. Durante el proceso de lavado y extracción, el contenido del embudo de decantación deberá permanecer líquido, siendo aconsejable, para ello, sumergir el embudo en agua a una temperatura entre 40 y 70° C.
- 3.4. Reunidas las soluciones de lavado, incluida la de prueba con ácido clorhídrico, se comprueba con papel de tornasol y se ajusta a alcalinidad si fuera preciso, con la solución de hidróxido sódico; se añade plato poroso y se hierve fuertemente durante veinte minutos, dejándola luego enfriar.
- 3.5. Si la solución queda clara se pasa, una vez fría, directamente al frasco de fenol (Observaciones: 5.1.). Si la solución no es clara se filtra por lana de vidrio, humedecida antes con solución saturada de cloruro sódico, recogiendo el filtrado en el matraz de fenol. La lana de vidrio se lava a continuación con 25 ml. de solución saturada de cloruro sódico, que se junta al filtrado anterior.
- 3.6. Se añaden 3 gotas de la solución indicador de naranja de metilo y luego ácido, agitando enérgicamente el matraz. Durante la adición de ácido clorhídrico se debe enfriar de vez en cuando la solución, sumergiendo el matraz en agua fría.
- 3.7. Se satura la fase acuosa con cristales de cloruro sódico, hasta que se observe la presencia de cristales sin disolver; finalmente, se va añadiendo solución saturada de cloruro sódico hasta que el nivel de fenoles queda en la porción graduada del cuello del matraz.
- 3.8. Después de un tiempo suficiente en reposo, preferentemente durante toda la noche, se mide el volumen de fenoles.

4. RESULTADOS

- 4.1. Los resultados se expresan en tanto por ciento en volumen de fenoles referido al volumen original de la muestra de alquitrán. (Observaciones: 5.2. y 5.3.).

5. OBSERVACIONES

- 5.1. Si se espera que la proporción de fenoles sea de un 3 1/3 % o más, se divide el contenido de la solución de lavado con hidróxido sódico, después de hervir y filtrar por lana de vidrio si fuera necesario, entre los dos matraces de fenoles, siguiendo con ambos el proceso general y totalizando el volumen obtenido.

- 5.2. Para el cálculo de los resultados es preciso conocer el peso específico de la muestra.
- 5.3. Cuando se desee conocer el tanto por ciento en peso, los cálculos se harán sobre la base de un peso específico para los fenoles de 1.04.

6. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

- 6.1. Esta Norma concuerda esencialmente con la «Serial núm.: R. T. 6-57», del Comité para la Normalización de Ensayos de Productos de Alquitrán (S. T. P. T. C.).

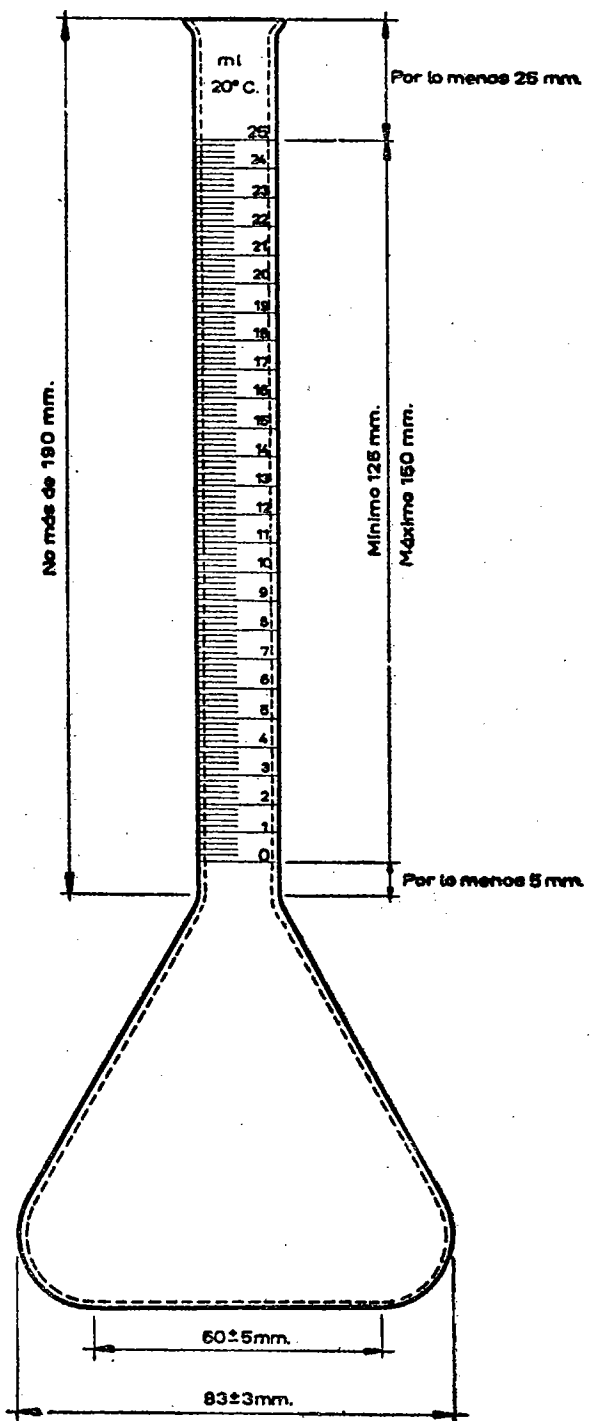


FIG.-I-
 MATRAZ DE FENOLES.