

**Norma para la determinación de la materia
insoluble en tolueno y cenizas, en alquitranes**

NLT-192/63

1. OBJETO

- 1.1. En esta Norma se detalla el procedimiento para calcular la materia insoluble en tolueno en los alquitranes empleados en carreteras. Se incluye también la determinación de cenizas, obtenida por calcinación de esta parte insoluble.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Balanza analítica.
- 2.2. Pesasustancias.
- 2.3. Vasos de precipitado, de 200 ml. de capacidad.
- 2.4. Vidrios de reloj.
- 2.5. Embudo de filtración.
- 2.6. Papel de filtro, Whatman, número 5 o similar.
- 2.7. Crisol de porcelana para calcinaciones.
- 2.8. Baño maría.
- 2.9. Estufa con regulación de temperaturas.
- 2.10. Crisol filtrante de cuarzo.

3. REACTIVO

- 3.1. Tolueno, puro.

4. PROCEDIMIENTO

- 4.1. Aproximadamente 2 gr. de muestra, completamente mezclada para homogeneizarla, se pesan en un vaso de precipitado en precisión (P_1), y se mezclan íntimamente con 100 ml. de tolueno caliente. El tolueno, que se calentará en baño maría, estará a una temperatura comprendida entre 90 y 100° C. El vaso y su contenido se cubren con un vidrio de reloj y se coloca al baño maría hasta que la mayor porción de materia insoluble haya sedimentado.

La solución que sobrenada se decanta a través de papel de filtro o del crisol filtrante, según el método que se siga.

4.1.1. Método usando papel de filtro.

El papel de filtro se lava en el mismo embudo, con 200 mililitros de tolueno caliente. Se retira el papel, y después de doblarlo, se seca en la estufa en un pesasustancias, sin tapar, a una temperatura de unos 110° C, hasta pesada constante. Se enfría en un desecador, se tapa el pesasustancias y se pesa el conjunto (P₂).

Cuando haya sedimentado en el vaso de precipitado la mayor parte de materia insoluble, se decanta a través del filtro la solución caliente, evitando la transferencia de sedimento. Este se lava en el mismo vaso con 300 ml. de tolueno caliente, en porciones de 100 ml. cada vez, agitando la suspensión, dejándola sedimentar y filtrando como antes.

Al final, se pasa al filtro todo el sedimento y se lava en el mismo embudo con 200 ml. de tolueno caliente. En total se han empleado 500 ml. de tolueno en estos lavados, más los 100 ml. utilizados en disolver la muestra original.

Terminada la filtración, el papel de filtro con el residuo se dobla cuidadosamente, se coloca en el mismo pesasustancias anterior y se seca en estufa hasta peso constante (P₃).

Si se desea calcular las cenizas, el papel de filtro con el residuo se calcina en un crisol de porcelana hasta pesada constante. Tarando previamente el crisol, se obtiene el peso de cenizas (P₄).

4.1.2. Método usando el crisol filtrante.

El crisol se seca a unos 110° C, se enfría en un desecador y se pesa (P₂). Se decanta la solución, como antes, a través del crisol, valiéndose de una suave succión para ayudar a la filtración, y evitando la transferencia de sedimento. Este se lava con tolueno caliente, en cantidades de 100 ml. cada vez, agitando, dejando sedimentar y decantando la solución clara que sobrenada por el crisol. Igual que en el procedimiento anterior, se emplearán en total 300 ml. en este proceso. Se transfiere entonces el sedimento al crisol y se lava asimismo con la cantidad adicional de 200 ml. de tolueno caliente.

El crisol se seca en la estufa, se enfría y se pesa (P₃).

Si se desea conocer las cenizas, se incinera suavemente el crisol hasta peso constante; descontando de este peso el peso del crisol, P₂, se obtiene el peso de cenizas (P₄).

5. CALCULOS

5.1. Tanto por ciento de materia insoluble en tolueno:

$$\frac{P_3 - P_2}{P_1} \cdot 100$$

5.2. Tanto por ciento de cenizas:

$$\frac{P_4}{P_1} \cdot 100$$

5.3. Tanto por 100 de materia insoluble, libre de cenizas:

$$\frac{(P_3 - P_2) - P_4}{P_1} \cdot 100$$

6. PRECISION

Para ambos procedimientos.

6.1. Repetición. La diferencia entre dos resultados obtenidos por duplicado no excederá de 0,5.

6.2. Reproducción. La media de dos resultados obtenidos en un laboratorio no debe diferir de la media de otros dos resultados obtenidos en un segundo laboratorio en más de 1,0.

7. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

7.1. Esta Norma está basada en la «Serial núm. R. T. 8-57», publicada por el Comité para la Normalización de Ensayos de Productos de Alquitrán (S. T. P. T. C.).