

Fenoles en alquitranes

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la determinación de los fenoles presentes en los aceites destilados de alquitrán hasta 270 °C. Los fenoles se extraen con hidróxido de sodio, 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 MATERIAL NECESARIOS

2.1 Embudo de decantación, con tapón esmerilado.

2.2 Vasos de precipitados.

2.3 Matraces de fenoles. Dos matraces de 200 cm³ de capacidad y 25 cm³ en el cuello graduado, cuya forma y dimensiones se detallan en la figura 1, con la siguiente tolerancia:

error máximo de capacidad en cualquier graduación.....± 0,1 cm³

2.4 Solución de hidróxido de sodio al 10%. Esta solución deberá filtrarse si no está clara.

2.5 Ácido clorhídrico concentrado.

2.6 Cloruro de sodio en polvo y en solución saturada.

2.7 Indicador naranja de metilo en solución al 0,1 % en agua destilada.

3 PROCEDIMIENTO

3.1 El total de los aceites destilados hasta 270 °C obtenidos en el ensayo de destilación, NLT-189 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 de sodio, 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 5 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 de sodio, igual a la cuarta parte de la empleada para el lavado inicial. Se agita y decanta igualmente y se separa asimismo la fracción alcalina. Se va repitiendo este proceso de lavado hasta que se han extraído todos los fenoles, lo que se comprueba cuando, acidificando ligeramente con ácido clorhídrico concentrado una porción de lavado, no se aprecia ya separación de fenoles. Se reúnen todas las porciones de lavado.

3.3 Debe evitarse un gran exceso de hidróxido de sodio, aunque sí es conveniente un pequeño exceso para asegurar que la extracción ha sido completa. Como guía puede señalarse que 5 cm³ de la solución de hidróxido de sodio empleada es suficiente para extraer, aproximadamente, 1 cm³ 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, incluidas las de prueba con ácido clorhídrico, se comprueba su alcalinidad con papel de tornasol y se ajusta ésta, si fuera preciso, con la solución de hidróxido de sodio; se añade plato poroso y se hierve durante 20 minutos, dejándola luego enfriar.

3.5 Si la solución queda clara se pasa, una vez fría, directamente al frasco de fenoles (Nota 1). Si la solución no es clara se filtra por lana de vidrio humedecida con solución saturada de cloruro de sodio, recogiendo el filtrado en el matraz de fenoles. La lana de vidrio se lava a continuación con 25 cm³ de solución saturada de cloruro de sodio, que se añade al filtrado anterior.

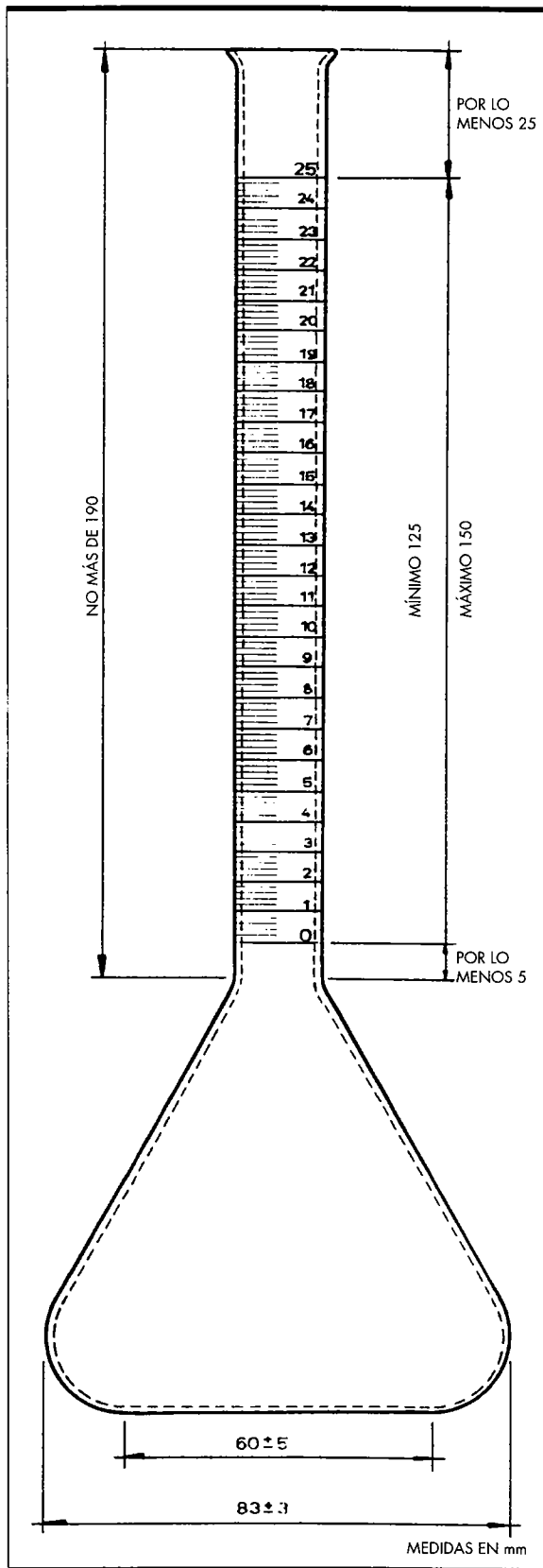


Figura 1.-Matraz de fenoles.

3.6 Se añaden 3 gotas de la solución indicador de naranja de metilo y a continuación ácido clorhídrico concentrado hasta viraje de la solución, 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 cloruro de sodio en polvo hasta que se observe la presencia de cristales sin disolver; finalmente, se va añadiendo solución saturada de cloruro de sodio para que la fracción de fenoles quede dentro de 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.

Nota 1. Si se espera que la proporción de fenoles sea igual o superior al 3,3 %, se divide el contenido de la solución de lavado con hidróxido de sodio, después de hervir y filtrar por lana de vidrio si fuera necesario, entre dos matraces de fenoles, siguiendo con ambos el proceso general y totalizando el volumen obtenido.

4 RESULTADOS

4.1 Los resultados se expresarán en tanto por ciento en volumen de fenoles referido al volumen original de la muestra de alquitrán.

4.2 Para el cálculo de los resultados es preciso conocer la densidad de la muestra original.

4.3 Cuando se desee conocer el tanto por ciento en masa, los cálculos se harán sobre la base de una densidad relativa para los fenoles de 1,04.

5 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

Esta norma concuerda esencialmente con la «Serial núm. RT 6-57», del Comité para la Normalización de Ensayos de Productos de Alquitrán (STPTC). «Phenols».

UNE 104-281-86 Parte 2-6.

6 NORMA PARA CONSULTA

NLT-189 «Destilación de alquitranes».