

**Método para la determinación de la solubilidad  
en tetracloruro de carbono de los materiales  
bituminosos**

NLT-130/63

**1. OBJETO**

- 1.1. Este método recoge el procedimiento que debe seguirse para la determinación de la proporción de betún soluble en tetracloruro de carbono.
- 1.2. El material soluble en sulfuro de carbono, pero insoluble en tetracloruro de carbono, es la fracción llamada carbenos. Una proporción alta de carbenos indica que el producto ha sido sobrecalentado durante el proceso de refinación.

**2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS**

- 2.1. Crisoles de Gooch, cuyas dimensiones sean aproximadamente las siguientes: diámetro de la boca, 4,4 cm.; diámetro del fondo, 3,6 centímetros, y altura, 2,5 cm.
- 2.2. Fibra de amianto, del tipo para crisol de Gooch, lavada a los ácidos, cortada en trozos menores de 1 cm. de largo y dispersada por agitación en agua.
- 2.3. Erlenmeyer de 152 cc.
- 2.4. Kitasatos de 500 cc.
- 2.5. Alargadera para el crisol de Gooch.
- 2.6. Anillo de goma para acoplar el crisol a la alargadera.
- 2.7. Estufa de desecación.
- 2.8. Balanza analítica.
- 2.9. Mechero Bunsen u horno eléctrico.
- 2.10. Bomba de vacío o trompa de agua.
- 2.11. Desecador.
- 2.12. Tetracloruro de carbono r. a.

**3. PROCEDIMIENTO**

- 3.1. Preparación de la muestra.
  - 3.1.1. La muestra será representativa y si contiene más del 2 por 100 del agua, será deshidratada por destilación, siguiendo el

método normal de determinación de agua en creosota. Si el material es duro y quebradizo, podrá ser molido y desecado a una temperatura inferior a la de volatilización del material. También podrá deshidratarse calentando el material, con agitación constante, a una temperatura inferior a 130° C., siempre que la operación se realice rápidamente.

### 3.2. Preparación del crisol de Gooch.

- 3.2.1. Se monta la alargadera en el kitasatos por medio de un tapón horadado y el crisol en la largadera mediante el anillo de goma, conectándose el conjunto al sistema de vacío. Se llena el crisol con la suspensión de amianto en agua, dejando se sedimente parcialmente el amianto y aplicando después una ligera succión para eliminar el agua, quedando de esta forma en el fondo del crisol una capa consistente de amianto. Se añade más suspensión y se repite el proceso, teniendo en cuenta que hay que conseguir que la capa de amianto tenga un peso de  $0,5 \pm 0,1$  gr. después de calcinada. Después de la succión se lava completamente con agua destilada, se deseca en la estufa y se calcina al rojo sombra. Se deja enfriar en el desecador y se pesa en precisión. Se limpian y secan tanto el kitasatos como la alargadera y se vuelve a montar el crisol.

El peso del amianto debe mantenerse dentro del límite de  $0,5 \pm 0,1$  gr. si se quieren obtener resultados reproducibles, debido a que el amianto absorbe, aparentemente de forma irreversible, una pequeña cantidad de betún soluble (normalmente de 1 a 5 mg. por gramo).

### 3.3. Realización del ensayo.

- 3.3.1. Se pesan en la balanza analítica unos dos gramos de muestra, dentro de un erlenmeyer de 125 cc., previamente tarado. Se añaden, en pequeñas porciones, 100 cc. de tetracloruro de carbono, agitando constantemente hasta que desaparezcan todos los grumos y no quede material adherido al fondo del recipiente. Se tapa el erlenmeyer y se le deja entonces en reposo durante doce horas en un lugar con luz difusa.
- 3.3.2. Se decanta cuidadosamente la solución al crisol de Gooch, sin aplicar succión o haciéndolo muy ligeramente y procurando que la mayor parte de los sedimentos queden en el erlenmeyer. Se lavan las paredes y el fondo del erlenmeyer con una pequeña cantidad de disolvente y se transvasa el sedimento al crisol de Gooch. Se lavan el erlenmeyer y el crisol con nuevas porciones de disolvente, hasta que el líquido pase incoloro, aplicando entonces una succión mayor para eliminar el disolvente. Si es necesario, para conseguir arrastrar la totalidad de los sedimentos y limpiar las paredes del erlenmeyer, se puede recurrir al empleo de una pluma. Después de eliminar el disolvente, se deseca el crisol en una estufa a 110-125° C durante veinte minutos. El aumento de peso del crisol sobre su peso original es el de la materia insoluble en tetracloruro de carbono.

- 3.3.3. Si queda adherido algo de materia insoluble a las paredes o fondo del erlenmeyer, se seca éste en la estufa y se pesa. El peso del residuo que queda en el erlenmeyer se añade al del material insoluble recogido en el crisol.
- 3.3.4. Si se necesita determinar la materia mineral que haya podido pasar a través del crisol de Gooch, se evapora el líquido filtrado y se calcina el residuo bituminoso. Si en el residuo hay un carbonato mineral se añade a las cenizas unas pocas gotas de solución de carbonato amónico y se calienta hasta desecación a 110°. A continuación se vuelve a calcinar durante unos minutos al rojo sombra y se enfría en un desecador. Se pesa y el peso de las cenizas obtenidas se añade al de la materia insoluble en tetracloruro de carbono.

#### 4. RESULTADOS

- 4.1. El peso de la muestra seca tomada para el ensayo menos el peso total de la materia insoluble en el disolvente, es el peso del material soluble en tetracloruro de carbono.
- 4.2. La proporción de betún soluble en tetracloruro de carbono se expresa sobre la base del betún total considerado como cien, es decir:

$$\% \text{ de betún soluble en tetracloruro de carbono} = \frac{A}{B}$$

A = proporción de betún soluble en tetracloruro de carbono  
 B = betún total (proporción de betún soluble en sulfuro de carbono).

- 4.3. Los resultados se expresarán con aproximación del 0,05 por 100.
- 4.4. Los resultados no se diferenciarán del valor medio en más de las siguientes cantidades:

% Betún en peso	Repetición	Reproducción
De 98 a 100	0,05	0,10
Menor de 98	0,25	0,50

#### 5. OBSERVACIONES

- 5.1. Es conveniente trabajar en vitrina o habitación bien ventilada, con objeto de evitar la acumulación excesiva de vapores del disolvente, que pudiera tener efecto perjudicial para la salud.
- 5.2. Debe seguirse lo prescrito para la cantidad de amianto que forma la placa filtrante del crisol, así como el realizar todas las pesadas con el máximo cuidado y precisión.

#### 6. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM Designación: D 165-42  
 AASHO » T 45-45  
 UNE 7113