

**Método para la determinación de la proporción
insoluble en éter etílico de los materiales
bituminosos (asfaltenos)**

NLT-131/63

1. OBJETO

- 1.1. Este método recoge el procedimiento que debe seguirse para la determinación de la proporción de betún insoluble en éter etílico.
- 1.2. Cuando los betunes son tratados con determinados disolventes, es posible separarlos en dos fracciones llamadas asfaltenos y maltenos. Los asfaltenos, o fracción insoluble, son los constituyentes principales de las micelas de peso molecular más elevado y de carácter más complejo. Esta separación depende de la naturaleza del disolvente y de las condiciones en que se realiza la precipitación y, por tanto, debe seguirse un método determinado e indicar, al expresar los resultados, el disolvente empleado.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Crisoles de Gooch, cuyas dimensiones sean aproximadamente las siguientes: diámetro de la boca, 4,4 cms.; diámetro del fondo, 3,6 cms., 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 200 cc.
- 2.4. Kitasatos de 500 cc.
- 2.5. Alargadera para Crisol de Gooch.
- 2.6. Anillo de goma para adaptar el crisol en 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. Eter etílico, r. a.

3. PROCEDIMIENTO

3.1. Preparación de la muestra.

3.1.1. La muestra será representativa y si contiene más del 2 % de 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 alargadera mediante el anillo de goma, conectándose el conjunto al sistema de vacío. Se llena el crisol con la suspensión de amianto en agua, dejando que 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 de 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 $2 \pm 0,1$ gr. de la muestra, dentro de un erlenmeyer de 200 cc. previamente tarado. Se calienta el erlenmeyer y se distribuye la muestra por el fondo y parte inferior de las paredes, de manera que, al enfriarse, queden formando una capa muy fina y de gran superficie. Se añaden 50 cc. de éter etílico y se disuelve el material agitando constantemente y ayudándose de una varilla de vidrio, con su punta redondeada para disgregar los grumos que puedan formarse. Una vez disgregada la muestra, se añaden otros 50 cc. de éter etílico, se agita de nuevo y se tapa el erlenmeyer, dejándolo en reposo en un sitio oscuro de dieciocho a veinticuatro horas.

3.3.2. Se decanta cuidadosamente la solución al crisol de Gooch, procurando que todo el precipitado quede en el erlenmeyer. Se lava entonces el erlenmeyer con una pequeña porción de disolvente y se procura arrastrar la totalidad del precipitado, ayudándose, si es necesario, de medios mecánicos. Se lavan el erlenmeyer y el crisol con pequeñas cantidades de disolvente, hasta que el líquido filtrado pase incoloro. No se apli-

cará succión en el transcurso del ensayo, hasta que cese la filtración por gravedad y, cuando se aplique, se hará muy suavemente, porque el precipitado tiende a cegar el filtro por apelmazamiento sobre la capa de amianto. Al final, se aumenta la succión para eliminar por completo el disolvente. Se coloca el crisol sobre un vidrio de reloj limpio, encima de una estufa, hasta que no quede disolvente. Se pasa después al interior de la estufa, teniéndolo durante una hora a 100-110° C. Se enfría en desecador y se pesa.

- 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, se calcina el crisol de Gooch, se enfría en un desecador y se pesa. A este peso se le añade el del residuo que quedó adherido a las paredes del erlenmeyer. Si en el residuo hay algún carbonato mineral se añaden a las cenizas unas pocas gotas de solución de carbonato amónico, se deseca a 110° C., se calienta a continuación unos minutos al rojo sombra, se enfría en el desecador y se pesa.
- 3.3.5. En el caso de que haya podido pasar algo de materia mineral a través del crisol de Gooch, se evapora con sumo cuidado el líquido filtrado y se calcina el residuo bituminoso, añadiendo unas pocas gotas de solución de carbonato amónico si en el residuo hay un carbonato mineral, desecando y volviendo a calcinar durante unos minutos al rojo sombra. Se enfría en el desecador y se pesa. Este peso se añade al de la materia mineral recogida en el crisol.

4. RESULTADOS

- 4.1. La diferencia entre el material insoluble en éter etílico y en sulfuro de carbono es el betún insoluble en el primer disolvente.
- 4.2. El tanto por ciento de betún insoluble en éter etílico se calcula sobre la base del betún total considerado como cien, es decir, que si, por ejemplo, el material insoluble en sulfuro de carbono es el 1 % y el insoluble al éter etílico es el 10,9 %, el tanto por ciento de betún insoluble en éter etílico se calculará de la siguiente forma:

$$\text{Betún insoluble en éter etílico} = \frac{10,9 - 1}{100 - 1} \cdot \frac{9,9}{99} = 10 \%$$

5. OBSERVACIONES

- 5.1. Debe seguirse lo prescrito para la cantidad de amianto que forma la placa filtrante del crisol, así como el realizar las pesadas con el máximo cuidado y precisión.

5.2. El éter etílico es sumamente inflamable y narcótico. Por tanto, no deberá manejarse más que en vitrina o en atmósfera muy ventilada, sin que haya llamas en su proximidad y siempre con sumo cuidado.

6. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

AASHO Designación: T 46-35.