

**Método para la realización del ensayo
de destilación de betunes fluidificados**

NLT-134/63

1. OBJETO

- 1.1. Este método recoge el procedimiento que debe seguirse para efectuar el ensayo de destilación de los betunes fluidificados.
- 1.2. Mediante este ensayo se determina la cantidad y las características de los constituyentes volátiles, así como el tanto por ciento de residuo no volátil del material.
Si se realiza además el ensayo de consistencia sobre el residuo, el material queda completamente identificado en cuanto a composición y clase, tanto del fluidificante como del betún base.
- 1.3. En resumen, el método consiste en destilar en un matraz de 500 cc. 200 cc. de la muestra a una velocidad determinada, midiendo los volúmenes de destilación obtenidos a las temperaturas que se especifican. El residuo que queda, después de haber alcanzado una temperatura de 360° C., se puede caracterizar empleando los métodos apropiados.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Matraz.—Un matraz de destilación con tubuladura lateral, de 500 cc., de la forma y dimensiones que se indican en la figura 1.
- 2.2. Refrigerante.—Un refrigerante de tipo normal, con camisa de vidrio de 250 mm. Se recomienda el empleo de uno cuya forma y dimensiones sean las del representado en la figura 3.
- 2.3. Alargadera.—Una alargadera acodada de paredes gruesas (1 mm.), con su borde reforzado, con un ángulo de unos 150° y un diámetro en la parte más ancha de unos 28 mm. La punta estará cortada en bisel con un ángulo de $45 \pm 5^\circ$ con respecto a la vertical.
- 2.4. Protector.—Un protector de hierro galvanizado, forrado interiormente con cartón de amianto de 3 mm. de grueso y provisto de unas ventanas rectangulares, cubiertas de mica transparente con la forma y dimensiones que se representan en la figura 2. Este dispositivo sirve para proteger el matraz de las corrientes de aire y evitar la radiación. La tapa, dividida en dos partes, podrá ser de hierro galvanizado, forrado con amianto, o de uralita.
- 2.5. Colectores.—Probetas graduadas, de diámetro uniforme, con una

base de vidrio moldeado y pico. La altura total está comprendida entre 25 y 26 cm. La probeta estará graduada en centímetros cúbicos y tendrá una capacidad de 100 cc., siendo la parte graduada mayor de 18 cm. y menor de 20 cm. de longitud. Cada 5 cc. se señalarán por un trazo más largo, y la graduación se numerará a partir del fondo a intervalos de 10 cc. La graduación no tendrá un error mayor de 1 cc. en cualquier punto de la escala.

- 2.6. Recipiente para el residuo.—Una caja de cinc de 150 gr. y con unas dimensiones aproximadas de 76 mm. de diámetro y 54 mm. de altura. Los recipientes comerciales, conocidos con el nombre de cajas para unguento, cumplen con estos requisitos.
- 2.7. Termómetros.—Un termómetro de destilación para temperaturas altas con escala de 0 a 400° C y de acuerdo con los requisitos que exigen las normas ASTM D: E-1 para los termómetros del tipo 8 C-42.

3. PREPARACION DE LA MUESTRA

- 3.1. La muestra, según se ha recibido, se agitará o moverá bien para conseguir su homogeneidad, calentando si es necesario, y separando a continuación la porción para análisis.
- 3.2. Si la muestra contiene más del 2 % de agua, habrá que deshidratar el material por destilación, siguiendo el método para la determinación del agua, en creosota.

4. MONTAJE DEL APARATO

- 4.1. Se colocará el matraz, con el protector rodeándolo, en un trípode o soporte sobre dos telas metálicas de la malla ASTM número 20 (0,84 mm. de abertura), de 150 mm.², como puede verse en la figura 3. El mechero puede protegerse de las corrientes de aire por medio de una chimenea de hierro. En el extremo del tubo de desprendimiento se conecta el refrigerante por medio de un tapón de corcho. El tubo del refrigerante deberá estar limpio y seco.
- 4.2. En el cuello del matraz se coloca el termómetro por medio de un tapón de corcho, de manera que la parte inferior del bulbo quede a 6,5 mm. del fondo del matraz. El eje que pasa a través del centro del cuello del matraz quedará vertical, y el termómetro estará alineado con respecto a este eje.
- 4.3. Se monta la alargadera en el extremo del tubo del refrigerante y, para recoger el destilado, se coloca debajo de ella la probeta, cubriéndola durante la destilación con un trozo de papel secante, cortado de tal modo que se adapte perfectamente. La distancia desde el cuello del matraz al extremo de salida de la alargadera estará comprendida entre 600 y 700 milímetros.
- 4.4. La alargadera quedará introducida en la probeta por lo menos 25 mm., pero su extremo ha de quedar siempre por encima de la graduación de los 100 cc. A menos que la temperatura del laboratorio esté comprendida entre 13 y 18° C, habrá que sumergir la probeta hasta la graduación de los 100 cc. en un baño transparente mantenido entre estas temperaturas.

5. PROCEDIMIENTO

- 5.1. Se echan en el matraz 200 cc. de la muestra, cuyo peso se ha calculado por medio del peso específico del material, a 15,5° C.
- 5.2. Se monta el matraz y se aplica el calor, regulándolo de tal forma que la primera gota de destilado caiga desde el extremo del tubo de desprendimiento entre cinco y quince minutos después del comienzo de la calefacción.
- 5.3. La destilación se continuará de manera que se consigan las siguientes velocidades:

Hasta 260° C, de 50 a 60 gotas por minuto.
Entre 260° C. y 316° C., de 20 a 70 gotas por minuto.

No se emplearán más de diez minutos en terminar la destilación desde 316 a 360° C, excepto en el caso de que, al final, el calor dado no sea el suficiente para que se produzca una elevación de la temperatura por encima de 360° C después que se haya retirado el mechero.

- 5.4. Si la muestra produce espuma, se reducirá la velocidad de destilación normalizándola tan pronto como sea posible. Si el exceso de espuma persiste, se podrá controlar la destilación aplicando la llama cerca del borde del matraz en vez de en el centro. El destilado se recoge en la probeta y se toma nota de los volúmenes destilados a las temperaturas que se especifican más adelante. También se anotará, si lo hubiera, el volumen de agua destilada.
- 5.5. Cuando se alcanza en el termómetro la temperatura máxima de 360° C, se apaga la llama, e inmediatamente se vierte el residuo en la caja de cinc, colocando la tapa y procurando que la parte inferior no se enfríe demasiado rápidamente. El tiempo total empleado desde que se apaga la llama hasta que se vierte el residuo será menor de diez segundos. Cuando se está vertiendo, el tubo de desprendimiento quedará prácticamente horizontal para evitar que el condensado pueda incorporarse al residuo.
- 5.6. Después de dejar que escurran todos los aceites que queden en el tubo del refrigerante, se tomará nota del volumen total de destilados.
- 5.7. El residuo se deja enfriar en un lugar sin corrientes de aire, hasta que no se desprendan vapores, pero conserva la suficiente fluidez para poderlo verter.
- 5.8. Se agita entonces el residuo dentro de la caja y se vierte en los moldes apropiados para realizar con él los ensayos necesarios.
- 5.9. Durante el proceso de la destilación el termómetro permanecerá en su posición original. No se realizarán correcciones por la parte del vástago del termómetro no sumergida, pero, en cambio, se corregirán las temperaturas para tener en cuenta el efecto de la altitud.

6. RESULTADOS

- 6.1. El residuo a 360° C. se expresará en volumen como la diferencia entre el volumen de la muestra original y el total de destilado a 360° C.
- 6.2. Las fracciones que se expresarán en los resultados serán las que

se indican a continuación, en tanto por ciento en volumen, respecto del total destilado hasta 360° C.

Hasta 225° C.
Hasta 260° C.
Hasta 316° C.

También pueden darse fracciones adicionales, tales como:

Hasta 160° C.
Hasta 175° C.
Hasta 190° C.

- 6.3. Si el ensayo se realiza sobre una muestra a la que ha sido necesario deshidratar, se indicará al dar los resultados.
- 6.4. El destilado recogido a una temperatura, no variará en más de las siguientes cantidades:

Repetición	Reproducción
± 0,5 %	± 1,0 %

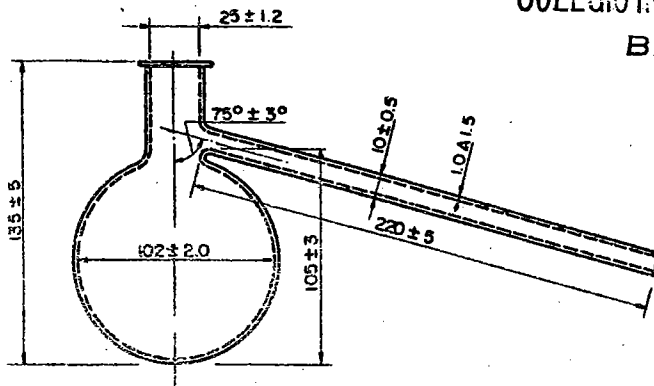
- 6.5. La penetración del residuo no variará en $\pm 8\%$ respecto a la media.

7. OBSERVACIONES

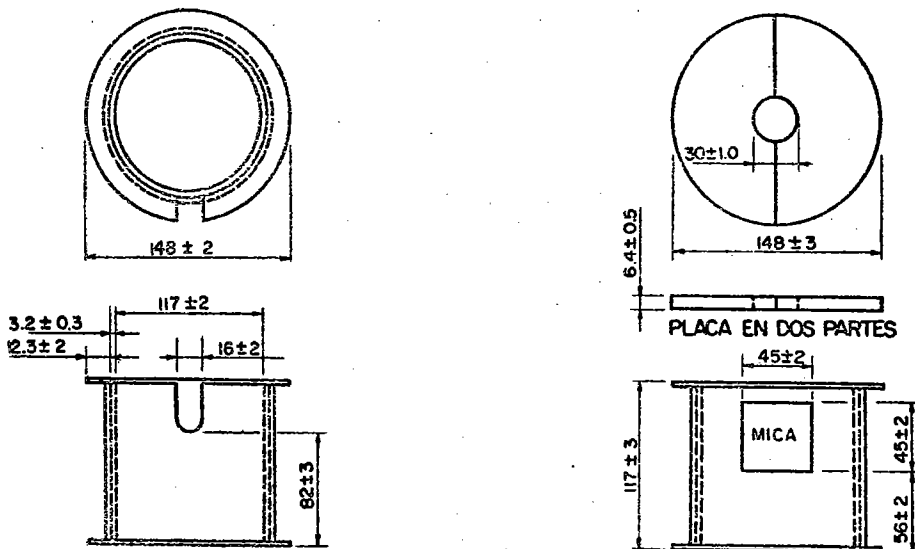
- 7.1. Hay que mantener cuidadosamente la velocidad de destilación.
- 7.2. Hay que evitar que el residuo se enfríe rápidamente.
- 7.3. Hay que deshidratar las muestras que contengan más del 2% de agua, por producirse espuma.
- 7.4. Los betunes fluidificados de curado rápido tienden a formar espuma, aunque no contengan agua.
- 7.5. Los resultados de los ensayos sobre el residuo pueden ser afectados por aquellos materiales no bituminosos que existan en el producto.
- 7.6. Debido a los vapores inflamables que se destilan y al manejo del residuo a temperaturas muy elevadas, hay que tener las siguientes precauciones:
- 7.6.1. Todas las conexiones del aparato deben quedar herméticamente cerradas.
- 7.6.2. Al verter el residuo en la caja de cinc, puede producirse la inflamación espontánea de los vapores que queden en el matraz. Esta operación debe realizarse protegiéndose las manos con guantes de amianto.

8. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

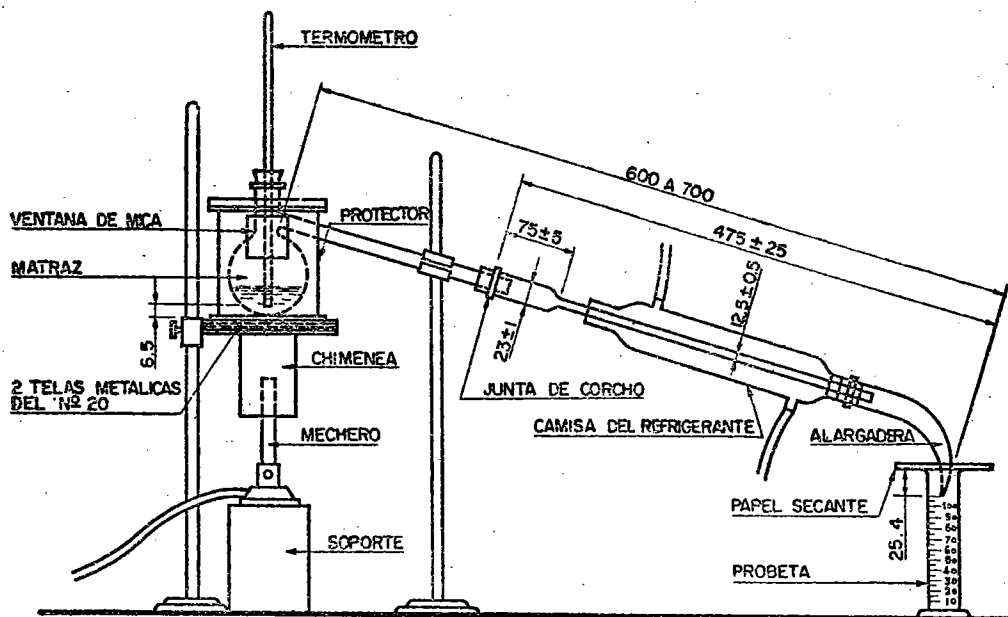
ASTM. Designación: D 402 - 55.
AASHO. > T 78 - 49.



MATRAZ DE DESTILACION



PROTECTOR



ESQUEMA DEL APARATO DE DESTILACION

COTAS EN MILIMETROS

Fig. 3