

Método para la determinación de la viscosidad de alquitranes

NLT-187/63

1. OBJETO

- 1.1. Este método recoge el procedimiento que debe emplearse para determinar la viscosidad B. R. T. A. de un alquitrán por medio de un viscosímetro S. T. V. Se expresa esta viscosidad como el tiempo en segundos que tardan en fluir 50 ml. de muestra en condiciones determinadas.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Viscosímetro.—El viscosímetro empleado se denomina viscosímetro normalizado para alquitranes (Standard Tar Viscometer) y su forma y dimensiones se detallan en la fig. 1. Consta de un baño de agua, cilíndrico y metálico, provisto de llave de desagüe y tubo lateral para calentamiento. Este tubo está dividido diametralmente por una lámina plana que se extiende desde la pared del baño hasta, aproximadamente, 30 mm. de su extremo opuesto cerrado. Tanto la llave de desagüe como el tubo de calentamiento van soldados al baño y para asegurar una convección normal no deben existir rebordes en sus zonas de contacto. Un manguito, construido con un tubo de bronce de 105 mm. de altura y de diámetro adecuado para que permita alojar en él el recipiente de la muestra, va soldado en un agujero central en el fondo del baño. El aparato va montado sobre tres pies, de longitud suficiente para que permitan colocar el recipiente colector debajo del baño. Tornillos niveladores en sus extremos permiten la nivelación adecuada del aparato.
- 2.2. El mecanismo de agitación consiste en un cilindro que rodea el manguito, permitiendo un fácil deslizamiento, al cual van fijadas cuatro paletas, cuyos bordes superior e inferior están doblados en sentidos contrarios. El cilindro está vaciado entre las paletas para facilitar la transmisión del calor del baño al recipiente que contiene la muestra. Un escudo curvado está sujeto al extremo superior del cilindro, extendiéndose hasta, aproximadamente, 5 mm. del borde del baño de agua. En este escudo van un mango aislado para mover el agitador, un soporte para el termómetro del baño y otro soporte articulado basculante para sostener la válvula de cierre. La distancia de esta válvula al orificio calibrado de salida deberá ser de 16 ± 1 mm. cuando la válvula está levantada.

- 2.3. Recipiente para la muestra.—La forma y dimensiones, tanto del recipiente para contener la muestra como de la válvula de cierre, se detallan en la fig. 2.

El recipiente consiste en un cilindro de bronce endurecido, con un anillo del mismo material en su extremo abierto superior, que lo fija al manguito central del baño. El fondo del recipiente es un disco de bronce fosforoso, ligeramente cónico interiormente, y en el centro del cual va el orificio cilíndrico calibrado de salida. Sus dimensiones y tolerancias son:

Diámetro del orificio	$10 \pm 0,025$ mm.
Longitud del cilindro	$5 \pm 0,025$ mm.

- 2.4. La válvula de cierre es una esfera de bronce fosforoso, sujeta a una varilla provista de una espiga lateral indicadora de nivel y un anillo superior de sujeción para cuando el aparato está en funcionamiento.
- 2.5. Termómetros.—Los termómetros empleados en el baño y en el recipiente de muestra cumplirán los requisitos exigidos en las especificaciones T 5c o T 17c de la S. T. P. T. C., con las siguientes características:

Referencia	Escala	Graduación	Longitud total máxima	Longitud mínima de la escala	Error máximo
	°C.	°C.	cm.	cm.	°C.
T 5c	15 a 45	0,1	43	26	$\pm 0,4$
T 17c	39,5 a 70,5	0,1	40	21	$\pm 0,4$

- 2.6. Colector.—El colector será una probeta de vidrio, con un diámetro interior que no exceda de 29 mm., y graduaciones a 20, 25 y 75 ml. de capacidad. Puede asimismo emplearse una probeta graduada de 100 ml. que cumpla con las especificaciones de las B. S. 604.
- 2.7. Cronómetro.—Para medidas del tiempo, se empleará un cronómetro capaz de apreciar lecturas de 0,5 seg.

3. TRATAMIENTO PRELIMINAR DE LA MUESTRA

- 3.1. Antes de proceder al ensayo y con objeto de asegurar la debida uniformidad de la muestra, el material se calentará en un recipiente apropiado hasta que adquiera la suficiente fluidez, que permita mezclarla o verterla, pero evitando siempre los sobrecalentamientos locales; un método recomendable puede ser sumergir parcialmente el recipiente en un baño de agua.
- 3.2. La temperatura máxima permisible de calentamiento no debe exceder en más de 30° C. a la temperatura de equiviscosidad conocida o supuesta de la muestra. Además, el período de calentamiento será el mínimo que se requiera para asegurar la fluidez. Mientras la muestra esté caliente, es importante cuidar de que el recipiente quede cubierto en la medida de lo posible, con el fin de evitar la pérdida de aceites volátiles, con la consiguiente alteración del carácter original del material.
- 3.3. La muestra caliente se pasará por un tamiz A. S. T. M. del núm. 20

(0,84 mm.) antes del ensayo, observándose si quedan residuos retenidos. El ensayo se realiza con el material que pasa por dicho tamiz.

4. PROCEDIMIENTO

- 4.1. Límites del tiempo de salida.—Empleando en el viscosímetro el orificio de salida de 10 mm., que es el apropiado cuando se ensayan alquitranes para carreteras, el tiempo de salida deberá estar comprendido entre 10 y 140 seg. La temperatura del ensayo será, por consiguiente, la apropiada para asegurar estas condiciones.
- 4.2. Normalmente, la temperatura a que se realice el ensayo vendrá indicada en la especificación del material; de lo contrario, se realizarán los tanteos consiguientes para asegurar las condiciones del Apartado 4.1.
- 4.3. El baño de agua se nivela con un nivel de burbuja, debiendo quedar el borde superior del manguito horizontal. A continuación se coloca el mecanismo de agitación con el termómetro del baño, llenando éste hasta 10 mm. del borde.
- 4.4. El contenido del baño se calienta hasta la temperatura de ensayo, con una tolerancia de $\pm 0,05^\circ \text{C.}$, debiendo mantenerse esta temperatura entre estos límites durante todo el ensayo y homogeneizando el contenido del baño a intervalos frecuentes o, mejor, continuamente por medio del agitador. Finalmente, se coloca el recipiente para la muestra.
- 4.5. El material que se va a ensayar se calienta a una temperatura 20°C. más alta que la del ensayo, vertiéndose luego en un vaso una cantidad que sea, por lo menos, doble de la que se va a emplear; esta muestra se deja enfriar, sin dejar de agitarla, hasta una temperatura ligeramente superior a la del ensayo. Se cierra el orificio, calibrado con la válvula y se vierte la muestra en el recipiente hasta que, mantenida la varilla vertical, la espiga adosada a la misma queda exactamente sumergida en la muestra.
- 4.6. El segundo termómetro se introduce ahora en el recipiente de muestra, utilizándolo para agitarla suavemente, hasta que se alcance la uniformidad de temperatura, que deberá ser la del ensayo o $0,1^\circ \text{C.}$ más alta y ajustándose a ésta, si fuera preciso, la temperatura del baño. El termómetro de la muestra se suspenderá entonces con su bulbo lo más centrado posible, debiendo quedar la marca de 100 mm. de inmersión que lleva el termómetro a la altura del extremo superior de la varilla de cierre.
- 4.7. El conjunto se deja entonces de esta forma hasta que la temperatura marcada por el termómetro de la muestra descienda y llegue a la temperatura del ensayo.
- 4.8. Mientras tanto, el colector, conteniendo 20 ml. de aceite mineral o de una solución al 1 % en peso de jabón blando, se coloca debajo del orificio de salida de la muestra.
- 4.9. Alcanzada la temperatura de ensayo, se retira con cuidado el termómetro y se quita entonces rápidamente el exceso que pudiera haber de muestra, hasta que el nivel de ésta enrase con la línea central de la espiga de nivelación, estando la válvula en posición vertical.

- 4.10. Se comienza entonces el ensayo levantando la varilla y colocándola en su soporte, el cual habrá sido llevado a su posición adecuada. La muestra comienza a fluir del recipiente al interior del colector, comenzándose a contar el tiempo cuando el menisco, bien del aceite o de la solución jabonosa, llegue a los 25 ml. y se terminará cuando alcance los 75 ml.

5. RESULTADOS

- 5.1. El valor de la viscosidad es el tiempo, en segundos, que tardan en fluir los 50 ml. de muestra, obtenidos conforme se describe en el Apartado 4.10. y a la temperatura a que se haya realizado el ensayo.

5.2. Repetición:

La diferencia entre dos resultados repetidos no excederá al valor R dado por la ecuación:

$$R = 0,5 + 0,06 M$$

siendo M la media de los dos resultados.

5.3. Reproducción:

La diferencia entre resultados reproducidos no será mayor que el valor R' dado por la ecuación:

$$R' = 1,0 + 0,1 M'$$

siendo M' el valor medio de los resultados.

6. OBSERVACIONES

- 6.1. Vaciando el colector inmediatamente después del ensayo, la solución jabonosa evita que la probeta quede manchada por el alquitrán.
- 6.2. Deberá cuidarse especialmente la limpieza y manejo del recipiente para la muestra. Después de cada ensayo se limpiará, preferentemente, con aceites ligeros de alquitrán, libres de fenoles y bases, evitando el hacerlo con medios mecánicos, como cepillos, que pueden producir un efecto abrasivo sobre el metal, principalmente en el orificio calibrado de salida, con la consiguiente alteración de sus dimensiones y falseamiento de los resultados. Para la limpieza y secado final se empleará un paño suave.
- 6.3. Las dimensiones del orificio calibrado deben comprobarse frecuentemente con un calibre apropiado.

7. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

- 7.1. Esta Norma concuerda esencialmente con la «Serial núm. R. T. 2-57», publicada por el Comité para la Normalización de Ensayos de Productos de Alquitrán (S. T. P. T. C.).

ESQUEMAS DEL VISCOSIMETRO S.T.V. PARA ALQUITRANES.

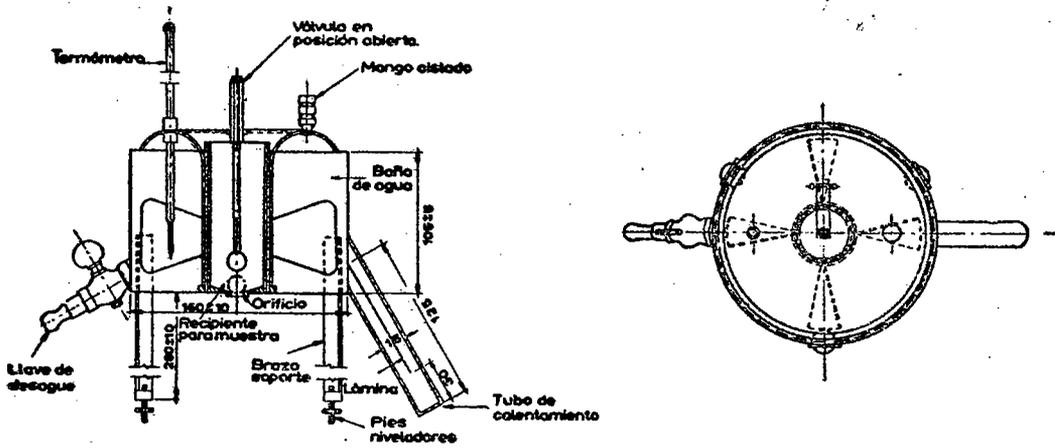


FIGURA-1- : ALZADO Y PLANTA DEL APARATO.

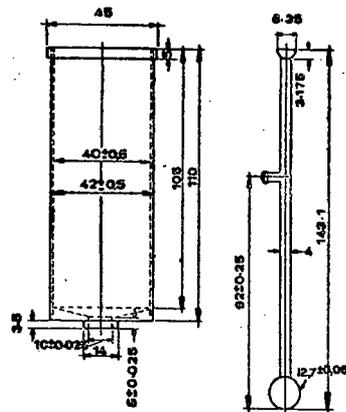


FIGURA-2- : RECIPIENTE PARA MUESTRA Y VALVULA DE CIERRE.

DIMENSIONES EN MM