

Contenido de parafinas en los materiales bituminosos

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

1.1 Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la determinación del contenido de parafinas en los materiales bituminosos, utilizados en construcción de carreteras.

1.2 El contenido de parafinas, determinado según el procedimiento que se especifica en esta norma, se define como la fracción de muestra original que cristaliza en una mezcla de éter etílico/etanol a temperatura de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

1.3 En el procedimiento la muestra se somete a destilación destructiva, separándose del destilado las parafinas por precipitación de las mismas en éter/etanol, 1:1 a baja temperatura y posterior solubilización y purificación con éter de petróleo (FAM-normalbencina) y acetona.

2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1 Cápsula de porcelana.

2.2 Matraz de destilación de la forma y dimensiones que se muestran en la figura 1.

2.3 Balanza de 200 g de capacidad y $\pm 5\text{ mg}$ de precisión.

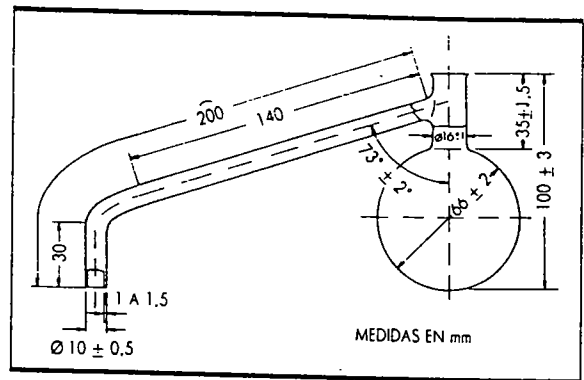


FIGURA 1. Matraz de destilación.

2.4 Balanza analítica de $\pm 0,5\text{ mg}$ de precisión.

2.5 Mechero Bunsen.

2.6 Anillo protector metálico de unos 18 mm de diámetro interior y 65 mm de diámetro exterior.

2.7 Matraz Erlenmeyer con tapón de corcho duro al que se le ha practicado una ranura continua según una generatriz en la superficie lateral.

2.8 Baño de agua capaz de contener al Erlenmeyer.

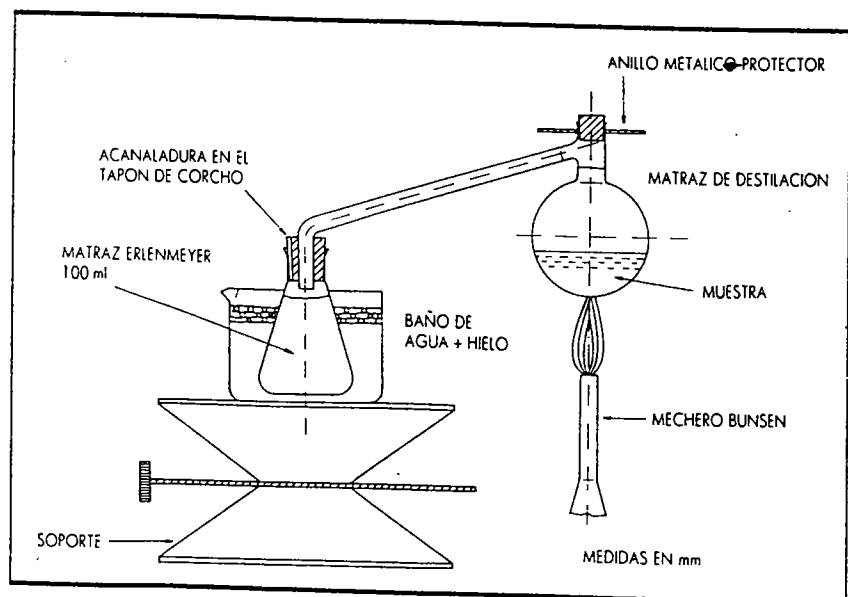


FIGURA 2. Montaje para la destilación.

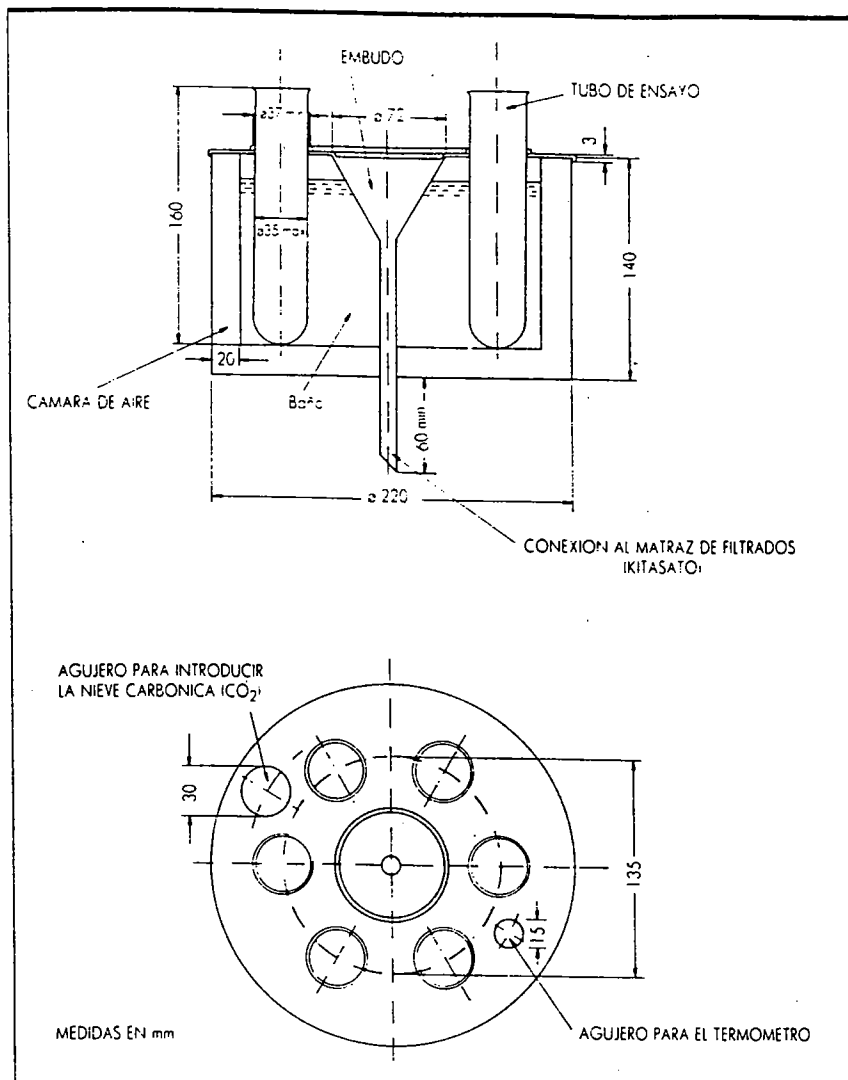


FIGURA 3. Baño de frío, tubos de ensayo y embudo.

2.9 Tubos de ensayo con pico de la forma y dimensiones que se muestran en la figura 3.

2.10 Termómetro $-38/50$ °C, lectura de $1,0$ °C.

2.11 Baño de frío como el de la figura 3.

2.12 Embudos para filtrar, como el de la figura 3.

2.13 Papel de filtro Whatman n.º 1.

2.14 Matraz de filtrado a vacío, Kitasato.

2.15 Equipo de vacío.

2.16 Pinzas para coger el papel de filtro.

2.17 Conjunto de embudo y matraz Erlenmeyer acoplados.

2.18 Baño maría.

2.19 Estufa capaz de alcanzar hasta 150 °C, con precisión ± 5 °C.

2.20 Termómetro $0/100$ °C lectura $0,5$ °C.

2.21 Desecador.

2.22 Probeta, graduada en ml.

2.23 Eter etílico anhidro.

2.24 Etanol absoluto.

2.25 Alcohol técnico.

2.26 FAM normalbencina (densidad a 15 °C $0,690/0,705$).

2.27 Acetona R.A.

2.28 Dióxido de carbono sólido triturado.

2.29 Hielo triturado.

3 PROCEDIMIENTO

3.1 Se calienta la muestra en una cápsula de porcelana hasta temperatura de vertido. Se vierten en el matraz para destilación (Figura 1), una masa de alrededor de 25 g de la muestra y se pesan con precisión de 10 mg (0,01 g). Se anota esta masa como MB.

3.2 Se montan los elementos para realizar la destilación (Figura 2). Se calienta el matraz de destilación, que contiene la muestra, con una llama del mechero Bunsen de 150 mm de altura, aireada de manera que justamente deje de ser luminosa, y que provoque la aparición de la primera gota de destilado después de 3 a 5 minutos. El anillo protector metálico se monta en la parte superior del matraz con el fin de evitar que el corcho se queme. Se toma el cuidado necesario para que los vapores que se producen en la destilación se condensan completamente. Con esta finalidad el matraz Erlenmeyer, cuya masa se ha determinado previamente con precisión de 10 mg, dentro del que penetra el tubo de salida hasta el codo del mismo (ver Figura 2) se debe introducir tanto como sea posible en una mezcla de hielo finamente troceado y agua. Se deja, sin embargo, suficiente parte del matraz sobresaliendo del baño para tener campo de visión y poder controlar la velocidad de destilación.

3.3 Se ajusta la velocidad de destilación para que caiga, del extremo del tubo acodado, una gota cada segundo.

3.4 Después de un período de 10 segundos sin que caigan gotas se continúa calentando durante 1 minuto más con llama no luminosa hasta que el fondo del matraz se torne rojo. La destilación se debe concluir en un tiempo máximo de 15 minutos. No se transferirá el condensado remanente en el tubo de salida del matraz al Erlenmeyer una vez concluida la destilación.

3.5 Se homogeneiza cuidadosamente el destilado calentándolo suavemente al tiempo que se gira el matraz.

3.6 Se deja enfriar el destilado y se pesa con aproximación de 10 mg (0,01 g), anotando esta masa como MD.

3.7 Dependiendo del contenido de parafinas esperado, se pesan con aproximación de 5 mg (0,005 g), en el tubo de ensayo con pico, 2 a 4 g de destilado y se anota la masa como ME. Si el contenido de para-

finas no pudo ser previamente estimado, se recomienda una masa inicial de unos 3 g.

3.8 Se disuelve la masa inicial de destilado ME, en 25 ± 1 ml de éter (éter dietílico anhidro) y se añaden otros 25 ± 1 ml de etanol. Se cierra el tubo de ensayo con un tapón equipado con el termómetro $-38/50$ °C de forma que el bulbo de éste quede sumergido en el líquido, y se coloca el conjunto en el baño de frío. Se enfría el líquido del baño añadiéndole dióxido de carbono sólido troceado. Para asegurar que se conseguirá una temperatura en la muestra de -20 °C, requerida por el método, se recomienda poner el baño a una temperatura de -22 ± 1 °C.

3.9 Se transfieren 20 ± 1 ml de una mezcla éter/etanol, como líquido de lavado, preparada en proporción 1:1, a un tubo de ensayo y se sitúa éste en el baño para enfriar la mezcla hasta $-20 \pm 0,5$ °C.

3.10 Se coloca el papel de filtro, Whatman n.º 1, en el embudo que, a su vez, está situado en el baño de frío y se conecta al matraz de filtrados, kitasato, con un vacío no inferior a 50 mbar (ver Figura 3).

3.11 Se transfiere rápidamente la lechada de cristales, producida en los tubos de ensayo a baja temperatura, al filtro. Durante toda la operación de filtrado y hasta su finalización la temperatura de la muestra se mantendrá a $-20 \pm 0,5$ °C.

3.12 Se lavan los tubos de ensayo con el líquido de lavado enfriado; se reajusta la temperatura del líquido de lavado a $-20 \pm 0,5$ °C y se utiliza de nuevo para lavar la lechada de cristales sobre el papel de filtro. El líquido de lavado se distribuye lo más uniformemente posible entre las tres operaciones de lavado.

3.13 Tan pronto como deje de caer filtrado al matraz kitasato se saca el papel del filtro del embudo utilizando las pinzas y se coloca en otro embudo situado sobre un Erlenmeyer que ha sido previamente pesado con precisión de 0,5 mg (0,0005 g).

3.14 Se disuelve el residuo de parafina rociándolo con FAM-normalbencina ligeramente caliente. De la misma manera se disuelven los restos de parafina que puedan quedar adheridos al termómetro o al tubo de ensayo, añadiéndolos al contenido del Erlenmeyer.

3.15 Se evapora el conjunto de filtrados —parafinas disueltas y FAM— en un baño maría. Para evitar que el líquido se desplace al borde y derrame, se efectúa la evaporación debajo de una corriente débil de aire.

3.16 Se seca el residuo durante 15 ± 1 minutos a 125 ± 5 °C en la estufa y se deja enfriar después. Tan pronto como las parafinas se hayan enfriado, pero sin solidificarse totalmente, se añaden 15 ml de acetona, disolviéndolas, calentando y girando cuidadosamente el Erlenmeyer. Las pérdidas de acetona, producidas por evaporación, se compensan añadiendo la cantidad pertinente de la misma.

3.17 Se enfría la solución de parafinas/acetona en un baño de agua a $15 \pm 0,5$ °C y se filtra después para separar las parafinas cristalizadas. Se lava el Erlenmeyer, el termómetro y el filtro varias veces con acetona a temperatura de $15 \pm 0,5$ °C. El volumen total de acetona empleada en el lavado será de 30 ± 1 ml.

3.18 Se disuelven las parafinas purificadas en las operaciones anteriores, rociándolas cuidadosamente con FAM-normalbencina ligeramente calentada, y se recogen nuevamente en el Erlenmeyer antes utilizado. Se evapora el líquido recogido sobre el baño maría, con una corriente débil de aire sobre él, para eliminar la FAM-normalbencina.

3.19 Se secan los cristales de parafina obtenidos, durante 15 ± 1 minuto a 125 ± 5 °C en la estufa, se dejan enfriar en el desecador y se pesan con precisión de 0,5 mg (0,0005 g) anotando la masa como MA. Esta masa final estará comprendida entre 50 y 100 mg; si no es así, se rechaza el resultado y se repite el ensayo con la corrección adecuada de la masa inicial del mismo destilado, ME.

4 RESULTADOS

4.1 Se calcula, para cada porción de muestra ensayada, el contenido de parafinas, expresado como porcentaje en masa con la siguiente ecuación:

$$\text{Contenido en parafinas} = \frac{\text{MD} \cdot \text{MA}}{\text{MB} \cdot \text{ME}} \cdot 100$$

donde;

MB = masa inicial del material bituminoso, en g.

MD = masa del destilado, en g.

ME = masa inicial del destilado, en g.

MA = masa final de las parafinas, en g.

4.2 Si los valores determinados para dos porciones de la muestra no difieren en más del 0,3 % en masa, se determina la media de los dos. En otro caso, se realiza un tercer ensayo, en otra porción para ensayo de 25 g, y se toma la media de los dos valores más parecidos. Estos valores, sin embargo, no diferirán en más del 0,3 % en masa. Si los dos primeros valores equidistan del tercero, se tomará como resultado este último.

Si no fuese posible obtener un valor medio de estos tres valores dentro de las condiciones especificadas, se rechazan los tres y se repite el ensayo en otras dos porciones para ensayo.

4.3 El contenido de parafina se expresa como porcentaje, en masa, redondeado al 0,1.

5 PRECISION

5.1 Repetibilidad $\leq 0,3$ %.

5.2 Reproducibilidad $\leq 1,0$ %.

6 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

DIN 52015 1980 «Bestimmung des Gehaltes an Paraffinen».

ASTM D 938-86 «Test Method for Congealing Point of Petroleum Waxes, Including Petrolatum».