

## Solubilidad en sulfuro de carbono de los materiales bituminosos

### 1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

1.1 Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la determinación del betún soluble en sulfuro de carbono, en los materiales bituminosos que contengan por lo menos un 25 % de betún. Algunos materiales bituminosos contienen materia mineral finamente dividida que puede atascar el filtro, o bien el residuo mineral no puede ser retenido fácilmente. En esta norma se describen dos técnicas: la número 1, que es la general, y la número 2, que se debe seguir en estos últimos casos.

1.2 Por definición, se denomina betún a la mezcla de hidrocarburos y sus derivados, solubles en sulfuro de carbono.

1.3 Este procedimiento se emplea con aquellos materiales que contengan gran cantidad de materia mineral finamente dividida.

1.4 Si el material bituminoso contiene poca o ninguna cantidad de materia mineral se seguirá el procedimiento descrito en la norma NLT-130.

### 2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1 Crisol de filtración, porcelana, de dimensiones aproximadas de 44 mm de diámetro boca, 36 mm de diámetro fondo y 28 mm de altura, con porosidad máxima de 7  $\mu\text{m}$  (Nota 1).

2.2 Celita 211, tierra de diatomeas, para ayuda en la filtración con crisol, secada hasta masa constante a 105 °C y conservada en recipiente hermético (Nota 2).

2.3 Vasos de precipitado forma baja de 30 cm<sup>3</sup> y 150 cm<sup>3</sup>, respectivamente.

2.4 Kitasatos de 500 cm<sup>3</sup>.

2.5 Alargadera para el crisol de filtración.

2.6 Anillo de goma para acoplar el crisol a la alargadera.

2.7 Mechero Bunsen y horno eléctrico.

2.8 Balanza analítica.

2.9 Estufa desecación.

2.10 Desecador.

2.11 Bomba de vacío o trompa de agua.

2.12 Vidrios de reloj.

2.13 Cápsulas de evaporación.

2.14 Sulfuro de carbono, R.A. (Nota 3).

**Nota 1.** Se ha encontrado satisfactorio sustituir el crisol filtrante por membranas filtrantes de 45 mm de diámetro, del tipo MF-Millipore con 8  $\mu\text{m}$  de tamaño de poro. El montaje de las membranas se hace en soportes especiales que proporciona la casa suministradora de aquellas y que se montan directamente en el kitasatos. Estas membranas son estables por debajo de 75 °C, pero a partir de esta temperatura comienza su descomposición progresiva. La incineración a 820 °C deja como ceniza un 0,045 % de la masa inicial de la membrana.

**Nota 2.** En lugar de Celita 211, tierra de diatomeas, se puede utilizar como material de ayuda a la filtración analítica: fibra de amianto en trozos de hasta 10 mm de longitud, con la que se prepara una suspensión de los mismos en agua o lana de vidrio. Con ambos materiales se procederá, en todo momento, con las técnicas del análisis cuantitativo requeridas al fin propuesto. (Celita es un producto registrado por Manville Corp., U.S.A. Celita 211 está preparado por Fisher Scientific, Pittsburgh PA, representada en España por Chemicontrol, Madrid).

**Nota 3.** El sulfuro de carbono es extremadamente inflamable. Sus vapores se inflaman espontáneamente en contacto con superficies calientes, tales como placas calefactoras, estufas o radiadores. Por tanto, cuando se utilice este disolvente debe hacerse con seguridad bajo vitrina extractora y lejos de cualquier llama o fuente de calor. Antes de introducir en la estufa los crisoles u otros utensilios que hayan estado en contacto con el sulfuro de carbono, se eliminará cualquier traza del mismo (que será indicado por la desaparición de olor). El sulfuro de carbono es muy irritante y tóxico, por lo que se evitará el contacto de la piel y la inhalación del mismo.

### 3 PROCEDIMIENTO

#### 3.1 Preparación de la muestra

3.1.1 La muestra será representativa, y si contiene más del 2 % de agua se deshidratará por destilación siguiendo el método de ensayo NLT-184. Si el material es duro y quebradizo se puede moler y secar a una temperatura inferior a la de volatilización del material. También se puede deshidratar calentando el material, con agitación constante, a temperatura inferior a 130 °C, siempre que la operación se realice rápidamente.

#### 3.2 Preparación del crisol filtrante

3.2.1 Si el crisol, después de una limpieza a fondo del mismo (ver 3.2.2), se ha utilizado en menos de

seis determinaciones, se limpia de la siguiente forma: se elimina completamente el lecho filtrante utilizado depositado en el fondo del crisol. Se lava éste con agua destilada, se seca y se incinera en el horno eléctrico durante una hora a 800 °C. Se enfría el crisol lentamente, colocándolo en la estufa de desecación durante una hora después de retirarlo del horno, para evitar agrietamiento o rotura; finalmente se sitúa en el desecador, cuando aún está cálido.

**3.2.2** Si el crisol se ha utilizado en seis determinaciones, se eliminan las cenizas residuales alojadas en los poros de la zona de filtración, mediante ebullición en 1:1 ácido clorhídrico. Después se hierve en agua destilada, se lava con abundante agua destilada, se seca y, finalmente, se incinera como se describe en 3.2.1.

### 3.3 Procedimiento número 1

**3.3.1** Se pesan, con precisión de  $\pm 1$  mg, unos 2 g de muestra en el vaso de 150 cm<sup>3</sup>, previamente determinada su tara con la misma precisión, y se añaden 100 cm<sup>3</sup> de sulfuro de carbono en pequeñas porciones agitando continuamente hasta que desaparezcan todos los grumos y no quede ningún material adherido a las paredes del vaso. Se cubre el vaso con un vidrio de reloj y se deja en reposo durante 15 min.

**3.3.2** Se transfieren 0,45 a 0,55 g de Celita al crisol de filtración limpio y seco. Se distribuye Celita uniformemente sobre el fondo del crisol. Inmediatamente se pesa y se anota la masa del crisol más la de Celita, con precisión de 1 mg.

**3.3.3** Se decanta, con cuidado, la solución de sulfuro de carbono sobre el lecho de Celita (previamente humedecido con sulfuro de carbono) en el crisol filtrante, aplicando una ligera succión con el sistema de vacío si es necesario, y procurando retener en el vaso de la solución tanto sedimento como sea posible hasta que se haya pasado toda la solución a través del filtro.

**3.3.4** Se lava el vaso de precipitados con una pequeña cantidad de sulfuro de carbono y se pasa todo el sedimento del vaso al filtro. Se impedirá que el lecho de Celita se seque en ningún momento mientras no se termine el proceso de filtrar. Se lava con sulfuro de carbono hasta que el filtrado sea sustancialmente incoloro, en cuyo momento se aplica una succión fuerte para eliminar el sulfuro de carbono remanente. Se quita el crisol de la alargadera, se lava con S<sub>2</sub>C el fondo exterior de aquél para eliminar algún posible betún en el mismo y se coloca encima de la estufa hasta que todo el sulfuro de carbono haya prácticamente desaparecido. (Atención, ver nota 3.) Se introduce el crisol en la estufa regulada a

110  $\pm$  10 °C durante 20 min como mínimo. Después se enfría en el desecador y se pesa, determinando su masa con precisión de 1 mg.

**3.3.5** Si en el vaso de precipitados hay adherida materia insoluble, se seca el mismo en la estufa a 110 °C y se pesa ( $\pm 1$  mg). Se añade, a efectos de corrección, la masa de este material adherido a la masa del material insoluble determinada en el crisol.

**3.3.6** Si se necesita determinar la materia mineral, se incinera el crisol (después de realizado apartado 3.3.4) hasta rojo oscuro y se mantiene a esta temperatura hasta que todo el carbón se haya consumido. En seguida se eleva la temperatura hasta color rojo brillante; se enfría en el desecador y se añade al residuo unas cinco veces su masa de solución saturada de carbonato amónico, y se deja en digestión durante 1 h a temperatura ambiente en un vaso cubierto; a continuación, se seca en la estufa a 110 °C hasta masa constante. Se añade la masa de materia insoluble determinada en 3.3.5 y, si fuese necesario, tener en cuenta 3.3.7.

**3.3.7** Si se plantea alguna duda sobre la cantidad de materia mineral que pueda haber pasado a través del filtro, se puede determinar la misma siguiendo lo indicado en el apartado 3.4.5 de esta norma.

### 3.4 Procedimiento número 2

**3.4.1** Se pesan, con precisión de  $\pm 1$  mg, unos 2 g de la muestra en el vaso de 50 cm<sup>3</sup>, previamente determinada su tara con la misma precisión. Se añaden al vaso aproximadamente 0,5 g determinados con precisión de 1 mg, de Celita recientemente seca. Se añaden unos 25 cm<sup>3</sup> de sulfuro de carbono y se remueve la Celita en el disolvente, se cubre con un vidrio de reloj y se deja estar al menos 1 h, agitando de vez en cuando para disolver completamente la muestra.

**3.4.2** Se transfieren 0,45 a 0,55 g de Celita seca al crisol de filtración limpio, tarado y seco. Se distribuye Celita uniformemente sobre el fondo del crisol. En seguida se pesa y se anota la masa del crisol más Celita, con precisión de 1 mg.

**3.4.3** Inmediatamente, antes de comenzar la filtración, se remueve la Celita en el disolvente. Se humedece el lecho de Celita en el crisol con sulfuro de carbono. Se vierte la solución del vaso al crisol, llenando el mismo hasta el borde. Se aplica una ligera succión con el sistema de vacío y cuando haya pasado el filtrado, se transfiere el contenido remanente del vaso al filtro. Se lava el vaso con una pequeña cantidad de sulfuro de carbono y se lleva todo el sedimento en aquél al crisol. Se evitará que el lecho de

Celita se seque en ningún momento hasta que la filtración se haya completado. Se lava con sulfuro de carbono el lecho de Celita hasta que el filtrado sea incoloro, y se aplica entonces una fuerte succión para eliminar los restos del disolvente en el filtro. Se quita el crisol de la alargadera, se lava con sulfuro de carbono el fondo de aquél para eliminar algún posible betún adherido al mismo y se coloca encima de la estufa hasta que prácticamente todo el sulfuro de carbono haya sido eliminado (atención, ver nota 3). Se introduce el crisol en la estufa regulada a  $110 \pm 10$  °C durante al menos 20 min; después se enfría en el desecador y se pesa, determinando su masa con precisión de 1 mg.

**3.4.4** Si en el vaso de precipitados hay adherida materia insoluble, se seca el mismo en estufa a 110 °C y se pesa ( $\pm 1$  mg). Se añade, a efectos de corrección, la masa de este material adherido a la masa del material insoluble determinada en el crisol.

**3.4.5** Se incinera la cápsula de evaporación hasta rojo oscuro, se enfría en el desecador y se pesa con precisión de 1 mg. Se vierte el filtrado en la cápsula de evaporación y se lava el kitasatos cuidadosamente con sulfuro de carbono, llevando los lavados, asimismo, a la cápsula de evaporación. Se elimina el sulfuro de carbono por combustión del mismo en vitrina de aireación (atención, ver nota 3) y se incinera el residuo hasta que desaparezcan las manchas negras o incandescentes. Se extremará el cuidado durante la incineración para evitar que materia mineral ligera sea expelida de la cápsula. Se enfría en el desecador y se pesa inmediatamente después con precisión de 1 mg. Esta masa se añade, a efectos de corrección, a la masa de materia insoluble determinada en el crisol.

**3.4.6** Si se necesita determinar la materia mineral, se calienta el crisol y su contenido (después de realizado apartado 3.4.3) hasta que presente un color rojo oscuro. Se mantiene a esta temperatura hasta que se consuma todo el carbón, y se eleva la temperatura hasta color rojo brillante. En seguida se enfría, se añade al residuo unas cinco veces su masa de solución saturada de carbonato amónico y se deja en digestión durante 1 h, en un vaso cubierto, a temperatura ambiente. Posteriormente se seca en estufa a 105-110 °C hasta masa constante. Para el cálculo, se añaden las correcciones de masa determinadas en 3.4.4 y 3.4.5 a la masa de material mineral en el crisol.

**3.4.7** La masa de Celita adicional utilizada se resta de la masa total del residuo insoluble y también de la masa de materia mineral en el crisol, con el fin de obtener masas netas.

## 4 CALCULOS Y RESULTADOS

**4.1** Se calculan el material soluble en sulfuro de carbono (contenido de betún), la materia mineral y la materia orgánica insoluble, con las siguientes ecuaciones:

Material soluble en  $CS_2$  (%),

$$X = \frac{A - (B + D)}{A} \cdot 100$$

Materia mineral (%),

$$Y = \frac{C + D}{A} \cdot 100$$

Materia orgánica insoluble (%),

$$Z = 100 - (X + Y)$$

en donde:

- A = Masa de la muestra inicial exenta de agua, g.
- B = Masa del residuo insoluble, g.
- C = Masa de la materia mineral calcinada, g.
- D = Masa total del residuo del vaso, o del residuo del vaso más el residuo de la calcinación del filtrado, según cada caso, g.

**4.2** Los resultados se expresarán con aproximación del 0,1 %.

## 5 PRECISION

**5.1** La desviación típica y el criterio para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95 % del nivel de confianza) se refieren en la tabla.

	ALQUITRANES Y M. B. LIQUIDOS	ALQUITRANES Y M. B. SEMISOLIDOS
UN LABORATORIO		
DESVIACION TIPICA (1)	0,11	0,17
REPETIBILIDAD (2)	0,31	0,48
ENTRE LABORATORIOS		
DESVIACION TIPICA (1)	0,22	0,83
REPRODUCIBILIDAD (3)	0,61	2,34

(1) Las desviaciones típicas indicadas representan la desviación típica estimada del proceso de medida en las condiciones establecidas. Se han calculado multiplicando las desviaciones típicas de los datos considerados por el factor  $1 + 1 : (4(N - 1))$ , donde N es el número de ensayos en la colección de datos.

(2) Dos resultados obtenidos por un solo operario, en la misma muestra, se consideran cuasos si difieren en más de la cantidad indicada. Precisión: único-laboratorio-operario-aparato-múltiple.

(3) Dos resultados obtenidos por operarios en diferentes laboratorios, se consideran cuasos si difieren en más de la cantidad indicada. Precisión: multi-laboratorio-operario-aparato.

**TABLA.** Desviaciones típicas y diferencia máxima aceptable entre dos resultados.

## **6 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS**

ASTM D 4-86 «Standard Test Method for Bitumen Content».

UNE 104-281-86 (1-9) «Solubilidad en disolventes orgánicos».

## **7 NORMAS PARA CONSULTA**

NLT-130 «Solubilidad en disolventes orgánicos de los materiales bituminosos».

NLT-184 «Deshidratación de materiales bituminosos».

---