

pH de las emulsiones bituminosas

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

1.1 Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la determinación del valor del pH de la fase acuosa de las emulsiones bituminosas directas.

1.2 El pH, que es una medida del estado de acidez de una solución acuosa, se define como el logaritmo negativo de base diez de la concentración de iones hidronio. El pH de una solución acuosa resulta de E , la fuerza electromotriz (fem) de la célula constituida por

electrodo de referencia/solución/electrodo de vidrio

cuando los electrodos están sumergidos en la solución, y de E_S , la fuerza electromotriz obtenida cuando los electrodos están sumergidos en una solución estándar, cuyo pH se designa por pH(S), mediante la ecuación siguiente:

$$\text{pH} = \text{pH}(S)(E - E_S) F / (RT \ln 10)$$

donde

F = faraday 96.487 C · mol⁻¹

R = constante de los gases, 8,31433 · J · K⁻¹ · mol⁻¹

T = temperatura absoluta (t °C + 273,15)

Nota 1. Algunos valores de $F / (RT \ln 10)$ en función de la temperatura son:

Temperatura, °C	0	5	10	15	20	25	30	35
$F / (RT \ln 10), \text{V}^{-1}$	18,45	18,12	17,80	17,49	17,19	16,90	16,36	16,10

1.3 Por tanto, el método se basa en la medida de la diferencia de potencial, expresada directamente en unidades de pH, entre un electrodo de referencia y un electrodo de medida sumergidos en la emulsión. Los pH-metros modernos tienen aparentemente un solo electrodo, pero de hecho éste agrupa las dos funciones.

1.4 El ensayo mide el pH de la fase acuosa de las emulsiones fabricadas con betunes asfálticos, fluidificados, fluxados y alquitranes, utilizadas en construcción de carreteras.

2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1 **pH-metro.** Se utilizará preferentemente un pH-metro con doble escala (una para el campo ácido de la medida y otra para el alcalino). Dispondrá de un sistema manual o automático para ajustar la temperatura del sistema.

2.2 **Electrodo de referencia,** de calomelanos-solución saturada de cloruro potásico.

2.3 **Electrodo de medida,** de vidrio especial, con respuesta lineal desde pH = 0 a pH = 12.

2.4 **Soluciones estándar:**

2.4.1 Tartrato ácido potásico, saturada, con pH = 3,57 ± 0,02, entre 20 y 30 °C.

2.4.2 Bórax (Na₂ O₇ B₄ · 10H₂O), 0,01M (3,80 g en litro de disolución) con los siguientes valores de pH:

$$\text{pH} = 9,22 \pm 0,01 \text{ a } 20 \text{ °C}$$

$$\text{pH} = 9,18 \pm 0,01 \text{ a } 25 \text{ °C}$$

$$\text{pH} = 9,14 \pm 0,01 \text{ a } 30 \text{ °C}$$

Estas soluciones se conservan en frascos de polietileno.

Se preparan a partir de las sustancias muy puras comercializadas para este fin y se desecharán a los 6 meses de preparadas o antes si se observa algún cambio en la solución.

2.5 **Solución acuosa saturada de cloruro potásico** para el llenado del electrodo de referencia. Esta solución se conserva en frasco de polietileno.

2.6 **Solución acuosa al 1 % de clorhidrato de alquilpropilen-diamina** comercial, con pH comprendido entre 3 y 5 unidades.

2.7 **Vasos** de polietileno con capacidad de 100 y 250 cm³.

2.8 **Agua destilada**

2.9 **Acetona**

2.10 **Tricloroetileno**

3 PROCEDIMIENTO

3.1 La muestra para ensayo se conserva en un recipiente de vidrio limpio, con tapa roscada y unos 250 cm³ de capacidad. Para cada determinación del pH se utilizan unos 200 g de muestra.

3.2 Se agita la muestra de laboratorio y se toma la cantidad para ensayo. Las mediciones se realizan a temperatura comprendida entre 20 y 30 °C.

3.3 Si la emulsión es catiónica, los electrodos se humedecen previamente con la solución de clorhidrato de alquil-propileno-diamina.

3.4 Calibrado inicial. Se lavan los electrodos con agua destilada y se calibran a continuación sumergiéndolos en la solución estándar de tartrato ácido potásico si la emulsión es catiónica, o en la de bórax, si es aniónica. Se utiliza un vaso de 100 cm³ de capacidad. Se anota el valor de pH obtenido como pH1.

3.5 Medida del pH de la muestra. Se lavan de nuevo los electrodos con agua destilada y a continuación se sumergen en un vaso de 100 cm³, conteniendo 50 cm³ de la emulsión. Se agita ligeramente el vaso con la muestra y tras unos segundos, para establecer el equilibrio, se efectúa la lectura del pH anotándolo como pH2.

3.6 Calibrado final. Se lavan una vez más los electrodos con agua destilada y se realiza un segundo calibrado de los mismos, de igual manera que se refiere en 3.4, sumergiéndolos en la solución estándar anteriormente utilizada. Se anota el valor del pH obtenido como pH3.

Nota 2. En ningún caso se sumergirán los electrodos hasta un nivel superior al que tiene la solución saturada de cloruro potásico en el electrodo de calomelanos, a fin de evitar la posible penetración de líquidos extraños por el orificio capilar, que debe estar siempre abierto durante las mediciones.

3.7 Finalmente, se procede a la limpieza de los electrodos, enjuagándolos primero con acetona, limpiándolos seguidamente con tricloroetileno hasta la eliminación total del ligante de la emulsión que eventualmente haya quedado adherido. Después de otro lavado con acetona se termina la limpieza enjuagándolos con agua destilada (Nota 3).

Nota 3. En medidas de control rápido o rutinario, se puede utilizar para la determinación aproximada del pH, papel indicador universal o de escala cromática. Para ello, se pone un extremo de la tira del papel indicador en contacto con la superficie de la emulsión, y se mantiene de esta manera unos pocos segundos, hasta que, por capilaridad, la fase acuosa de la emulsión empape la zona inferior del papel unos milímetros, momento en que se procede a determinar el pH, de acuerdo con la escala cromática del indicador utilizado.

4 RESULTADOS

4.1 El resultado del ensayo es el valor obtenido como pH2 y se expresa con aproximación a la primera cifra decimal.

4.2 El resultado se considera aceptable si la diferencia entre los valores pH1 y pH3, determinados en los calibrados inicial y final, no excede de 0,2 unidades.

4.3 Con el resultado del ensayo es preciso referir la temperatura a la que se realizó.

5 PRECISION

5.1 Repetibilidad: $\pm 0,3$ unidades de pH.

5.2 Reproducibilidad: a determinar.

6 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, LCPC.
Mode opératoire.

ASTM E 70-77 (82) «Standard Test Method for pH of Aqueous solutions with the Glass Electrode».