

## Solubilidad de los materiales bituminosos en disolventes orgánicos

### 1 OBJETO, FUNDAMENTO Y CAMPO DE APLICACIÓN

**1.1** Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la determinación de la solubilidad, en los disolventes orgánicos, de los materiales bituminosos que contengan poca o ninguna cantidad de materia mineral, utilizados en construcción de carreteras.

**1.2** En la norma se refieren dos procedimientos optativos que se diferencian en el medio filtrante utilizado—crisol de Gooch con fibra de vidrio, uno, y membrana filtrante, el otro—, pero que son equivalentes a los efectos pretendidos. La muestra se disuelve en el disolvente y se filtra a través del medio filtrante. El material insoluble se lava, se seca y se pesa.

**1.3** Por definición se denomina betún a la mezcla de hidrocarburos y sus derivados soluble en sulfuro de carbono.

**1.4** En general, y en función del disolvente elegido, el método descrito en esta norma puede no ser recomendable para todos los materiales bituminosos. En el apartado 2.2, dedicado a los disolventes, se indican las especificaciones para algunos materiales.

**Nota 1.** Otros ensayos de solubilidad de materiales bituminosos son: ASTM D4, "Contenido de betún"; ASTM D 2317, "Residuo insoluble en benceno de alquitranes y breas"; ASTM D 2318, "Residuo insoluble en quinolina de alquitranes y breas", ASTM D 2764, "Residuos insoluble en dimetil-formamida de alquitranes y breas".

### 2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIO

#### 2.1 Aparatos

**2.1.1 Crisol de Gooch.** Esmaltado interior y exteriormente, a excepción del fondo exterior, con unas dimensiones aproximadas de 44 mm de diámetro de la boca, 36 mm de diámetro del fondo y 28 mm de profundidad.

**2.1.2 Fibra de vidrio,** para disponer el lecho filtrante (puede utilizarse el lecho filtrante Whatman Grade 934 de microfibras de vidrio).

**2.1.3 Kitasatos,** para la filtración, de paredes resistentes y unos 250 a 500 cm<sup>3</sup> de capacidad.

**2.1.4 Balanza analítica.**

**2.1.5 Alargadera** para el crisol de Gooch y anillo de goma.

**2.1.6. Bomba de vacío** o trompa de agua.

**2.1.7 Membranas filtrantes MF-Millipore,** 47 mm de diámetro y 8,0 µm de diámetro medio de poros. Ref. SCWP 04700.

**2.1.8 Soporte especial** para la membrana (véase apartado 3.2.2 de esta norma).

**2.1.9 Frasco Erlenmeyer de 125 cm<sup>3</sup>**

**2.2 Disolventes.** La mayoría de los disolventes orgánicos empleados son tóxicos en mayor o menor grado y muchos de ellos son también inflamables, por lo que su empleo debe realizarse solamente por personal cualificado y tomando todas las precauciones de seguridad que se exijan para el manejo de estos materiales.

**2.2.1 Sulfuro de carbono.** Por definición, es la solubilidad en este disolvente la que define la cantidad de betún de un material bituminoso. Este disolvente es adecuado para su empleo tanto en alquitranes como en betunes asfálticos. Es muy inflamable, inflamándose, además, sus vapores espontáneamente al entrar en contacto con superficies calientes, como placas de calefacción o estufas. Es también muy tóxico e irritante para la piel, por lo que su manejo se hará siempre en vitrinas bien ventiladas y lejos de fuentes de calor. Si se emplea en este ensayo, se deberá estar seguro, antes de introducir los filtros o crisoles en la estufa, que ha desaparecido toda traza de disolvente, lo que se puede comprobar por la ausencia de olor característico.

**2.2.2 Tetracloruro de carbono.** Al no ser inflamable, se recomienda a veces su empleo para la determinación del contenido de betún en lugar del

sulfuro de carbono, aunque en materiales que hayan sufrido un fuerte craqueo se debe dejar la muestra en digestión al menos 12 horas y fuera del contacto directo de la luz, antes de realizar la filtración. Es tóxico.

**2.2.3 Benceno.** Este disolvente se emplea a veces en lugar del sulfuro de carbono y es adecuado para su empleo con betunes asfálticos. Aunque en algunos casos se suele solicitar la solubilidad del alquitrán en benceno, el procedimiento que se describe en esta norma no es recomendable para este material. Es tóxico e inflamable (Nota 1).

**2.2.4 Tricloroetileno.** Este disolvente es adecuado para la determinación de la solubilidad de los betunes asfálticos, aunque no para los alquitranes ni productos del petróleo con fuerte craqueo. Es menos tóxico que el tetracloruro de carbono y no es inflamable, aunque en presencia de llamas o resistencias calentadas al rojo, sus vapores se transforman en fosgeno, un gas sumamente tóxico; debe emplearse, por tanto, en atmósferas bien ventiladas, y no se debe fumar ni tener puntos de calor encendidos cuando se opere con él.

**2.2.5 1,1,1-tricloroetano.** Este disolvente no es inflamable y tiene menor toxicidad que el tricloroetileno, aunque sus vapores son nocivos por inhalación; por esto, ha sido recientemente recomendado por el Instituto de Higiene y Seguridad en el Trabajo para sustituir al tricloroetileno en las determinaciones de solubilidad.

**2.2.6 Tolueno (Metilbenceno).** Este disolvente es fácilmente inflamable, punto inflamación : 4°C incoloro e insoluble en agua. Tóxico por inhalación e ingestión. Se debe utilizar siempre en vitrina bien ventilada.

### 3 PROCEDIMIENTO

#### 3.1 Método del crisol de Gooch.

**3.1.1** Se monta el equipo de filtrado y se dispone un lecho de fibra de vidrio en el crisol, humedeciéndolo con el disolvente que se vaya a utilizar y asentándolo firmemente en el fondo del crisol mediante una ligera succión efectuada con la bomba de vacío. Se seca el crisol y su contenido a (110±5)°C durante al menos 20 minutos. Se enfría en un desecador otros 20 minutos y se determina la masa. Se repite el proceso hasta masa constante (±0,3 mg). Se guarda en un desecador hasta su empleo.

**3.1.2 Temperatura de ensayo.** Normalmente la

temperatura a la que se realiza el ensayo no influye en los resultados, por lo que éstos pueden realizarse a temperatura ambiente. Sin embargo, cuando se desee una mayor exactitud o ensayos para un arbitraje, la muestra en solución debe mantenerse en baño maría a 37-38°C, durante una hora antes de la filtración.

**Nota 2** Cuando se emplee sulfuro de carbono, benceno o tolueno como disolvente, los ensayos deben siempre realizarse a temperatura ambiente, por los peligros que lleva consigo el desprendimiento de sus vapores.

**3.1.3 Realización del ensayo.** Se pesan con aproximación de 1 mg, unos 2 g de muestra en un frasco Erlenmeyer de 125 cm<sup>3</sup> previamente tarado, y se añaden 100 cm<sup>3</sup> en pequeñas porciones del disolvente elegido, agitando continuamente hasta que desaparezcan todos los grumos y no quede material adherido a las paredes. Se tapa el frasco y se deja en reposo durante 15 minutos, salvo lo indicado en el apartado 3.1.2. Se monta el crisol de Gooch ya preparado en el kitasatos y se humedece la capa de fibra de vidrio con una pequeña cantidad de disolvente, decantando la solución y filtrando con ayuda de una ligera succión, si fuese necesario. Cuando la fracción insoluble sea apreciable, se procurará retenerla en el frasco hasta el final de las filtraciones, con objeto de evitar una obstrucción del filtro. El frasco se lava con pequeñas porciones de disolvente utilizando el chorro de un frasco lavador y con ayuda, si fuera preciso, de una varilla de vidrio con un trozo de tubo de goma en su extremo para recoger las últimas porciones de materia insoluble. Finalmente se lavan completamente la varilla y el frasco con disolvente, que se pasan al filtro, el cual se termina lavando con pequeñas porciones de disolvente hasta que el filtrado pase incoloro, aplicando ahora una succión más enérgica para eliminar el disolvente residual. A continuación se desmonta el crisol de la alargadera y se limpia con disolvente su fondo, colocándolo sobre un vidrio de reloj limpio para que se evapore el disolvente, lo que puede generalmente reconocerse por el olor. Si el disolvente empleado lo permite, esta evaporación final se puede acelerar utilizando un baño de aire caliente o una estufa. Una vez evaporado el disolvente, se seca el crisol en una estufa regulada a (110±5)°C durante 20 minutos como mínimo, se deja enfriar en un desecador unos (30±5) minutos y se pesa, repitiendo este proceso de secado y pesada hasta que dos de éstas consecutivas difieran en menos de 0,3 mg.

**Nota 3.** Con objeto de obtener resultados precisos, los tiempos de enfriamiento en desecador de un crisol deben ser los mismos (±5 minutos) después de todos los períodos de calentamiento. Así, por ejemplo, si el tiempo de enfriamiento en el desecador después de la calci-

nación del crisol vacío ha sido de 30 minutos, todos los tiempos de secado posteriores de este crisol ya con residuo, deben ser de (30±5) minutos. Si fuera necesario que un crisol, vacío o con residuo, tuviera que permanecer en el desecador toda una noche durante una determinación, deberá volverse a calentar durante por los menos 30 minutos, seguido del enfriamiento correspondiente, antes de pesarlo.

**3.1.4** Los lechos de fibra de vidrio sólo se utilizarán una vez.

### 3.2 Método de las membranas filtrantes

**3.2.1** En lugar de los crisoles de Gooch, se pueden utilizar para la operación de filtrado membranas filtrantes artificiales. Un tipo de membrana que se ha encontrado adecuado es la MF-Millipore, de 47 mm de diámetro y 8,0 µm de diámetro medio de poros, con Referencia SCWP 04700 y fabricada con una mezcla de ésteres de celulosa. Este tipo de membrana es inerte a la mayoría de los disolventes orgánicos que se utilizan normalmente para estos materiales, como benceno, tetracloruro de carbono, tolueno, tricloroetileno, tricloroetano, xileno, perclorotetileno, etc., aunque no al cloruro de metileno.

**3.2.2** El montaje de la membrana se realiza en soportes especiales que proporciona la misma casa suministradora y que se montan directamente en el kitasatos.

**3.2.3** El proceso de filtrado es análogo al que se describe en líneas generales en los apartados 3.1.2 y 3.1.3, teniendo en cuenta que este tipo de membranas son estables hasta unos 125°C, descomponiéndose de forma irreversible a partir de estas temperaturas.

## 4 RESULTADOS

**4.1** Se puede calcular el porcentaje total de material insoluble, o el porcentaje de materia soluble en el disolvente empleado, por las expresiones:

$$\text{Materia insoluble, \%} = \frac{A}{B} \times 100$$

$$\text{Materia soluble, \%} = 100 - \left(\frac{A}{B} \times 100\right)$$

siendo:

A = Masa total de materia insoluble.

B = Masa total de muestra.

**4.2** Para porcentajes de materia insoluble menores del 1,0, el resultado se expresará con aproximación del 0,01%; para porcentajes de materia insoluble iguales o mayores de 1,0, el resultado se expresará con aproximación del 0,1%.

**4.3** Algunas especificaciones suelen exigir el porcentaje relativo de solubilidad de una muestra en tetracloruro de carbono, Cl<sub>4</sub>C, referido al porcentaje soluble en sulfuro de carbono; en estos casos se necesitan dos ensayos de solubilidad independientes: uno en sulfuro de carbono y otro en tetracloruro de carbono. El porcentaje pedido será:

$$\text{Porcentaje soluble en Cl}_4\text{C, \%} = \frac{C}{D} \times 100$$

donde:

C = Porcentaje de materia soluble en tetracloruro de carbono.

D = Porcentaje de materia soluble en sulfuro de carbono.

## 5 PRECISIÓN

**5.1** En el caso del betún asfáltico, se puede seguir el criterio siguiente para juzgar su aceptabilidad en los siguientes disolventes, con un 95% de probabilidad:

DISOLVENTES	REPETIBILIDAD	REPRODUCIBILIDAD
Sulfuro de Carbono, Tetracloruro de carbono, Benceno o Tricloroetileno	0,10	0,26

## 6 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM D 2042-81 (Reapproved 1993) "Test Method for Solubility of Asphalt Materials in Trichloroethylene".

IP 47/74 "Solubility of Bituminous Binders" (ST-E-2).

AASHTO T 44-94 "Solubility of Bituminous Materials".

UNE 104-281-86 parte 1-9 "Solubilidad en disolventes orgánicos". Materiales bituminosos y bituminosos modificados.