

Agua en materiales bituminosos

1. OBJETO

- 1.1. Esta norma describe el procedimiento para determinar el agua en los materiales bituminosos. El método se aplica a gran variedad de materiales, pero es especialmente apropiado para determinar el agua en los productos bituminosos empleados en la construcción de carreteras.
- 1.2. Para emulsiones bituminosas debe seguirse el procedimiento descrito en la NLT-137/72.
- 1.3. El método se basa en la destilación a reflujo de una muestra del material bituminoso juntamente con un disolvente volátil no miscible con el agua, el cual, al evaporarse, facilita el arrastre del agua presente, separándose completamente de ella al condensarse.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. El aparato consistirá en una retorta metálica o un matraz de vidrio, calentado por un medio apropiado y provisto de un refrigerante de reflujo que descarga en un colector graduado que sirve para recoger y medir el agua condensada y devolver el disolvente al matraz. El tipo de aparato empleado no es un rasgo esencial de este método. La retorta o matraz, el colector y el refrigerante deben conectarse de forma conveniente para producir un ajuste sin fugas. Las conexiones preferidas son las de vidrio esmerilado entre cristales o las juntas tóricas entre cristal y metal.
- 2.2. Retorta metálica.— La retorta (fig. 1) tendrá forma cilíndrica y estará provista de una pestaña en el borde, a la cual se sujeta la tapa por medio de una abrazadera, haciendo un cierre lo más hermético posible. La tapa será también metálica y estará provista de un orificio de 25 mm de diámetro interior.
- 2.3. Matraz de vidrio.— El matraz de vidrio (fig. 2) será de cuello corto y fondo redondo, de vidrio resistente al calor y de una capacidad de 500 cm³.
- 2.4. Mecheros.— Con la retorta metálica se empleará un mechero de gas anular de unos 100 mm de diámetro interno, provisto de agujeros para la salida del gas en la parte interior. Con el matraz de vidrio se empleará un mechero de gas ordinario o un calentador eléctrico.

- 2.5. Refrigerante.— El refrigerante de reflujo estará enfriado por agua y será del tipo recto, con un diámetro interior del tubo comprendido entre 9,5 y 12,5 mm y provisto de una camisa de refrigeración no menor de 400 mm de longitud. El extremo del refrigerante que queda dentro del colector tendrá forma de pico de flauta con un ángulo de 30 ± 5 grados respecto al eje vertical del refrigerante. Se montará sobre el colector de la forma que indican las figuras 1 y 2.
- 2.6. Colector.— El colector será de vidrio, con la forma y dimensiones de la figura 3, y estará graduado en divisiones de 0,05 cm³ para la capacidad de 2 cm³ y en divisiones de 0,1 cm³ para la capacidad de 10 cm³. La capacidad del colector se elegirá de acuerdo con la cantidad esperada de agua. En casos muy especiales puede ser necesario un colector de 25 cm³ con divisiones de 0,1 cm³.

3. DISOLVENTE

- 3.1. Para uso general se prefiere un disolvente aromático debido a su alto poder solvente y dispersante para la mayoría de los materiales bituminosos. Se recomienda xileno o una mezcla de 20 por 100 de tolueno y 80 por 100 de xileno medidos en volumen.

4. PROCEDIMIENTO

4.1. Preparación de la muestra:

- 4.1.1. La porción de muestra para el ensayo debe ser verdaderamente representativa de la muestra total.
- 4.1.2. Si el material es líquido o semilíquido, se mezcla la muestra totalmente tal como se recibe, calentándola suavemente si fuera necesario para asegurar su uniformidad.
- 4.1.3. Si el material es sólido y suficientemente quebradizo, se machaca, se mezcla totalmente y se toma una muestra representativa para su análisis.
- 4.1.4. Para cualquier dificultad o duda en la toma de muestras se puede consultar el procedimiento descrito en la NLT-121/72.
- 4.1.5. La cantidad de muestra para ensayo estará de acuerdo con la proporción de agua esperada, de tal manera que el agua recogida no exceda de la capacidad del colector.

4.2. Calibración:

- 4.2.1. Se considera satisfactorio el conjunto de un aparato cuando se obtienen resultados precisos después de añadir, con una bureta, cantidades conocidas de agua al disolvente puro y realizar el ensayo de acuerdo con el apartado 4.3.
- 4.2.2. Se consideran los resultados precisos si no se exceden los límites dados en la tabla 1 para los distintos tamaños de colectores.

TABLA 1.— Límites permitidos.

Capacidad del colector a 20 °C, cm ³	Volumen de agua añadida a 20 °C, cm ³	Límites permitidos para el agua recuperada a 20 °C, cm ³
2	1	1 ± 0,05
10	1	1 ± 0,1
10	5	5 ± 0,2
25	12	12 ± 0,2

4.2.3. Cuando los resultados obtenidos se apartan de estos límites puede ser debido a un mal funcionamiento del aparato por pérdida de vapores, una ebullición demasiado rápida, mala calibración de los colectores o por la condensación de humedad atmosférica en el aparato. Una vez eliminados estos factores se debe repetir la calibración.

4.3. Ejecución del ensayo.

4.3.1. Tomar la cantidad adecuada de muestra con aproximación de ± 1 por 100 e introducirla en la retorta o matraz.

4.3.2. Los materiales muy fluidos se miden en volumen en una probeta de capacidad conveniente y se limpia el material adherido a ella, después de verter la muestra en la retorta o matraz, con una porción de 50 cm³ y dos de 25 cm³ del disolvente elegido, vertiendo totalmente estas cantidades en el recipiente de ensayo.

4.3.3. Los materiales sólidos o viscosos se pesan directamente en la retorta o matraz y se añaden 100 cm³ del disolvente elegido.

4.3.4. En el caso de materiales con un contenido bajo de agua, puede ser conveniente emplear una cantidad mayor de muestra y disolvente.

4.3.5. Se pueden emplear bolas de vidrio u otro medio de favorecer la ebullición.

4.3.6. Se monta el aparato conforme se indica en las figuras 1 ó 2, eligiendo el colector de acuerdo con el contenido de agua esperado y se asegura el perfecto cierre de todas las conexiones. Si se emplea la retorta metálica, se coloca entre el reborde de la misma y la tapa un papel de juntas grueso humedecido con el disolvente. El refrigerante y el colector deben estar completamente limpios para asegurar un perfecto drenaje del agua hacia el fondo del colector. Se coloca también un tapón de algodón sin apelmazar en el extremo superior del refrigerante, para evitar que la humedad atmosférica se condense dentro del tubo. A continuación se hace circular agua fría a través de la camisa de refrigeración.

- 4.3.7. El mechero de anillo que se emplea con la retorta metálica se coloca al comienzo de la destilación, aproximadamente a 75 mm por encima del fondo de la retorta, y en el transcurso de ésta se va bajando gradualmente. El calor se aplica regulándolo de tal forma que el reflujó del disolvente condensado caiga a una velocidad de 2 a 5 gotas por segundo.
- 4.3.8. Se continúa la destilación a la velocidad especificada hasta que no sea vea agua en ninguna parte del aparato, excepto en el colector, y el volumen del agua en éste se mantenga constante durante cinco minutos. Si se observa un anillo de agua condensada persistente en el tubo del refrigerante, se puede arrastrar aumentando la velocidad de destilación durante algunos minutos.
- 4.3.9. A continuación se enfría el colector y su contenido a temperatura ambiente, se desmonta del aparato y por medio de una varilla de vidrio u otro medio adecuado se arrastran las gotas de agua que puedan haber quedado adheridas en las paredes del colector hasta unirlos a la capa de agua.
- 4.3.10. Se lee el volumen de agua recogida en el colector con la aproximación de las divisiones de su escala.

5. RESULTADOS

5.1. Cálculos y expresión de los resultados.

- 5.1.1. Se calcula el contenido de agua de la muestra como porcentaje en peso o volumen, de la siguiente manera:

$$\text{Contenido de agua, \%} = \frac{\text{volumen de agua en el colector}}{\text{masa o volumen de muestra}} \times 100$$

Nota. — Si existe en la muestra un material volátil soluble en agua, éste puede ser recogido junto con el agua.

- 5.1.2. El resultado se expresa como porcentaje de agua según la norma NLT-123/72, con una aproximación del 0,05 por 100 si se ha empleado el colector de 2 cm³ y con una aproximación del 0,1 por 100 si se han utilizado los colectores de 10 ó 25 cm³.

5.2. Precisión.

- 5.2.1. El criterio siguiente se puede seguir para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95 por 100 de probabilidad) cuando se emplea el colector de 10 cm³. No se ha establecido la precisión para el colector de 2 cm³.
- 5.2.2. Los resultados obtenidos por duplicado por el mismo operador se considerarán satisfactorios si no difieren en más de las siguientes cantidades:

Agua recogida cm ³	Repetición
De 0 a 1,0	0,1 cm ³
De 1,1 a 25	0,1 cm ³ o 2 % de la media

5.2.3. Los resultados obtenidos por dos laboratorios se consideran satisfactorios si no difieren en más de las siguientes cantidades:

Agua recogida cm ³	Reproducción
De 0 a 1,0	0,2 cm ³
De 1,1 a 25	0,2 cm ³ o 10 % de la media

6. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

A.S.T.M. D 95-70.
UNE 7004.

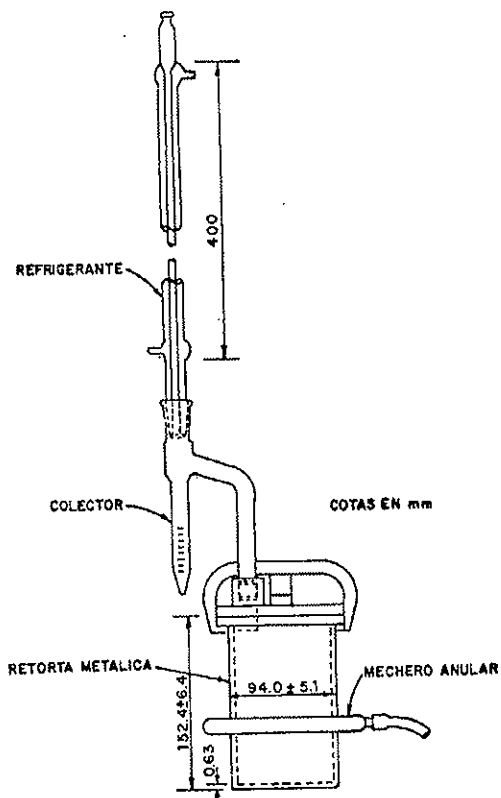


Figura 1.

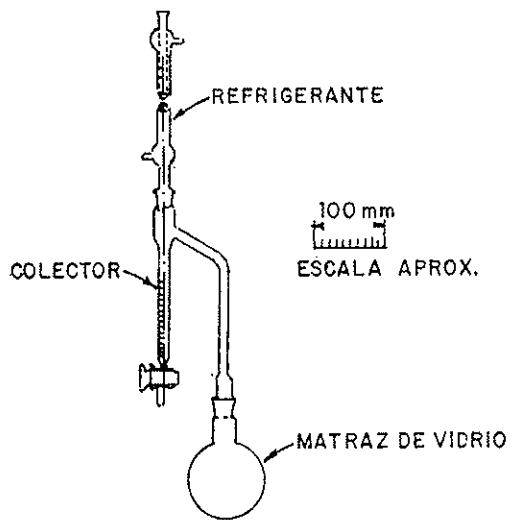


Figura 2.

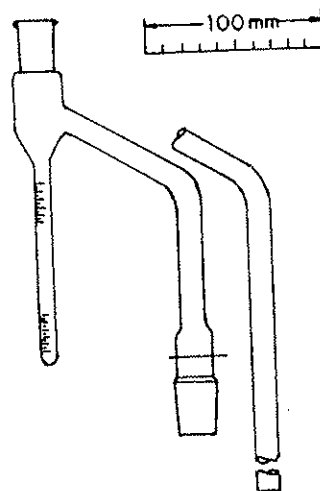


Figura 3.