

NORMA DE ENSAYO
DEL
LABORATORIO DEL TRANSPORTE
Y MECANICA DEL SUELO
"JOSE LUIS ESCARIO"

NLT-129/72

Solubilidad en sulfuro de carbono de materiales bituminosos

1. OBJETO

- 1.1. Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la determinación del betún en los materiales conteniendo por lo menos 25 por 100 de betún.
- 1.2. Por definición, se llama betún a la mezcla de hidrocarburos y sus derivados solubles en sulfuro de carbono.
- 1.3. Este procedimiento se emplea con aquellos materiales que contienen gran cantidad de materia mineral finamente dividida.
- 1.4. Para materiales bituminosos conteniendo poca o ninguna cantidad de materia mineral se seguirá el procedimiento descrito en la norma de ensayo NLT-130/72.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Crisoles de Gooch, cuyas dimensiones sean aproximadamente las siguientes: diámetro de la boca, 44 mm; diámetro del fondo, 36 mm, y altura, 25 mm.
- 2.2. Fibra de amianto, del tipo para crisol de Gooch, lavada a los ácidos, cortada en trozos menores de 10 mm de largo y dispersada por agitación en agua.
- 2.3. Vasos de precipitados de forma baja de 30 cm³.
- 2.4. Kitasatos de 500 cm³.
- 2.5. Alargadera para el crisol de Gooch.
- 2.6. Anillo de goma para acoplar el crisol en la alargadera.
- 2.7. Estufa de desecación.
- 2.8. Balanza analítica.
- 2.9. Mechero Bunsen u horno eléctrico.
- 2.10. Bomba de vacío o trompa de agua.
- 2.11. Desecador.
- 2.12. Sulfuro de carbono, R. A.
- 2.13. Vidrios de reloj.

Nota.— Se ha encontrado satisfactorio sustituir el crisol de Gooch por membranas filtrantes de 45 mm de diámetro, del tipo MF-Millipore con 8 μ m de diámetro de poros. El montaje de la membrana se hace en so-

portes especiales que proporciona la misma casa suministradora y que se montan directamente en el Kitasatos. Estas membranas son estables hasta 125 °C, pero a partir de esta temperatura comienza su descomposición progresiva y a 820 °C no quedan más que algunos microgramos de cenizas residuales, lo que permite obtener resultados precisos en las determinaciones gravimétricas.

3. PROCEDIMIENTO

3.1. Preparación de la muestra.

3.1.1. La muestra debe ser representativa, y si contiene más del 2 por 100 de agua se deshidrata por destilación, siguiendo el método normal de deshidratación de materiales bituminosos (NLT-184). Si el material es duro y quebradizo puede ser molido y desecado a una temperatura inferior a la de volatilización del material. También puede deshidratarse calentando el material con agitación constante, a temperatura inferior a 130 °C, siempre que la operación se realice rápidamente.

3.2. Preparación del crisol de Gooch.

3.2.1. Se monta la alargadera en el Kitasatos por medio de un tapón horadado, y el crisol en la alargadera mediante el anillo de goma y se conecta el conjunto al sistema de vacío. Se llena el crisol con la suspensión de amianto en agua, dejando que se sedimente parcialmente el amianto y aplicando después una ligera succión para eliminar el agua, quedando de esta forma en el fondo del crisol una capa consistente de amianto. Se añade más suspensión y se repite el proceso, teniendo en cuenta que hay que conseguir que la capa de amianto tenga una masa de $0,5 \pm 0,1$ g después de calcinada. Después de la succión se lava completamente con agua destilada la capa de amianto, se deseca en la estufa y se calcina al rojo oscuro (600 a 650 °C). Se deja enfriar en el desecador y se pesa en precisión. Se limpian y secan tanto el Kitasatos como la alargadera y se vuelve a montar el crisol. La masa del amianto debe mantenerse dentro del límite de $0,5 \pm 0,1$ g si se quieren obtener resultados reproducibles, debido a que el amianto y la tierra de diatomeas empleada para ayudar a la filtración, absorben, aparentemente de forma irreversible, una pequeña cantidad de betún soluble, normalmente de 1 a 5 mg por gramo de amianto.

3.3. Realización del ensayo.

3.3.1. Se pesan en una balanza analítica unos 2 g de muestra dentro de un vaso tarado de 30 cm³. Se añaden para ayudar a la filtración unos 0,5 g de tierra de diatomeas recién calcinadas, pesados con precisión de 1 mg. Se cubre con 25 cm³ de sulfuro de carbono y se agita la tierra de diatomeas dentro del líquido. Se deja el vaso cubierto con un vidrio de reloj 1 hora como mínimo

agitando, de cuando en cuando, para disolver la muestra completamente.

- 3.3.2. Inmediatamente antes de comenzar la filtración se agita el contenido del vaso completamente. Se humedece el crisol con sulfuro de carbono. Se pasa la solución del vaso al crisol, llenando éste hasta el borde; se aplica una ligera succión para que filtre el líquido y se pasa lo que queda en el vaso al crisol. Se lava el vaso con una pequeña cantidad de disolvente y se arrastra todo el sedimento del vaso al crisol. Se sigue lavando hasta que el líquido filtrado pase incoloro, aplicando entonces una succión más fuerte para eliminar el disolvente. Se quita el crisol de la atargadera, se lava el fondo con disolvente y se coloca sobre un vidrio de reloj limpio encima de una estufa hasta que prácticamente se ha evaporado todo el disolvente. Se pasa entonces al interior de la estufa a 110 °C durante 20 minutos como mínimo. Se deja enfriar en un desecador y se pesa.
- 3.3.3. Si queda adherido algo de materia insoluble a las paredes del vaso, se seca éste en la estufa a 110 °C y se pesa. El peso del residuo que queda en el vaso se añade al del material insoluble recogido en el crisol.
- 3.3.4. Se calcina una cápsula al rojo sombra, se enfría en un desecador y se tara. Se pasa el líquido filtrado a la cápsula, se lavan las paredes del Kitasatos con disolvente limpio y se añaden estos lavados a la cápsula. Se quema el sulfuro de carbono en una vitrina y se calcina el residuo hasta que no tenga manchas negras o incandescentes. Durante la calcinación se tendrá cuidado para que la materia mineral más ligera no se proyecte fuera de la cápsula. Se enfría en un desecador y se pesa inmediatamente. Este peso se añade al de la materia insoluble recogida en el crisol.
- 3.3.5. Si se necesita determinar la materia mineral, se calienta el crisol de Gooch y su contenido conforme se indica en el apartado 3.3.2 hasta que arda sin llama a la temperatura del rojo oscuro (600 a 650 °C). Se mantiene en estas condiciones hasta que se haya quemado toda la materia carbonosa y a continuación se eleva la temperatura hasta alcanzar el rojo brillante (unos 850 °C). Se deja enfriar y se agrega al residuo aproximadamente cinco veces su peso de una solución saturada de carbonato amónico y se deja en digestión durante 1 hora a temperatura ambiente dentro de un vaso tapado. Se seca después en estufa a 110 °C hasta pesada constante. Al residuo de calcinación se le añaden el residuo adherido a las paredes del vaso, según el apartado 3.3.3, y el obtenido en la calcinación del líquido filtrado del apartado 3.3.4.
- 3.3.6. El peso de la tierra de diatomeas hay que descontarlo del peso del material insoluble y también de la materia mineral que se haya recogido en el crisol de Gooch.

4. RESULTADOS

- 4.1. El contenido de betún, la materia mineral y la diferencia (materia orgánica insoluble) se calculan por medio de las siguientes fórmulas:

$$\text{Betún \%}, X = \frac{A - (B + D)}{A} \times 100$$

$$\text{Materia mineral \%}, Y = \frac{C + D}{A} \times 100$$

$$\text{Diferencia \%} = 100 - (X + Y)$$

En las que:

A = Masa de la muestra libre de agua.

B = Masa del residuo insoluble.

C = Masa de la materia mineral calcinada.

D = Masa total del residuo del vaso, o del residuo del vaso más el residuo de la calcinación del filtrado, según los casos.

- 4.2. Los resultados se expresarán con aproximación del 0,05 por 100.

5. OBSERVACIONES

- 5.1. El sulfuro de carbono es extremadamente inflamable y sus vapores se inflaman espontáneamente en contacto con superficies calientes, siendo, por tanto, imprescindible que cerca del lugar de trabajo no existan llamas ni hornillos encendidos y siendo aconsejable trabajar en vitrina para eliminar rápidamente los vapores.
- 5.2. Los vapores de sulfuro de carburo son tóxicos, por tanto es necesaria una adecuada ventilación.

6. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

A.S.T.M. D 4-70.
UNE 7005.