

Solubilidad en disolventes orgánicos de materiales bituminosos

(Esta norma de ensayo anula y reemplaza a la NLT-130/63 para la determinación de la solubilidad en tetracloruro de carbono de materiales bituminosos.)

1. OBJETO

- 1.1. Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la determinación de la solubilidad en disolventes orgánicos de materiales bituminosos para carreteras, tales como alquitranes y betunes asfálticos que contengan poca o ninguna cantidad de materia mineral. Se incluye también el procedimiento para calcular la proporción de betún soluble en tetracloruro de carbono.
- 1.2. Por definición se llama betún a la mezcla de hidrocarburos y sus derivados solubles en sulfuro de carbono para todos los productos bituminosos, pero en el caso de los alquitranes de carreteras, debido a su composición, se determina normalmente, a efecto de especificaciones, la materia orgánica soluble en tolueno siguiendo la norma de ensayo NLT-192/72.
- 1.3. El procedimiento consiste en disolver la muestra en un disolvente especificado y filtrar la solución a través de un filtro apropiado. La materia insoluble se lava a continuación, se seca y se pesa.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1. Aparatos.

- 2.1.1. Crisoles de Gooch, cuyas dimensiones sean aproximadamente las siguientes: diámetro de la boca, 44 mm; diámetro del fondo, 36 mm, y altura, 2,5 mm.
- 2.1.2. 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.
- 2.1.3. Erlenmeyer de 125 cm³.
- 2.1.4. Kitasatos de 500 cm³.
- 2.1.5. Alargadera para el crisol de Gooch.
- 2.1.6. Anillo de goma para acoplar el crisol a la alargadera.
- 2.1.7. Estufa de desecación.
- 2.1.8. Balanza analítica.

- 2.1.9. Bomba de vacío o trompa de agua.
- 2.1.10. Desecador.

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 soportes especiales que proporciona la misma casa suministradora y que se montan directamente en el Kitasatos. Estas membranas son inertes al sulfuro de carbono, tetracloruro de carbono, benceno y tricloretileno, pero no al cloruro de metileno. Asimismo, estas membranas son estables hasta 125 °C, pero si se pasa de esta temperatura comienza su descomposición progresiva.

- 2.2. Disolventes. — Todos los disolventes orgánicos son tóxicos en mayor o menor grado, por lo que es necesaria una adecuada ventilación. Se debe especificar el tipo de disolvente a emplear en un ensayo determinado, siendo los más apropiados para utilizar en este método los siguientes:

- 2.2.1. Sulfuro de carbono, R. A. — Este disolvente está indicado para usarlo tanto con alquitrán como con betún asfáltico. El sulfuro de carbono es extremadamente inflamable y sus vapores se inflaman espontáneamente en contacto con superficies calientes, tales como placas calefactoras y estufas. Por tanto, es imprescindible asegurarse de que la filtración se realiza en vitrina y lejos de llamas u otras fuentes de calor. Antes de introducir en la estufa los crisoles o recipientes debe haber desaparecido cualquier traza de sulfuro de carbono (lo cual se comprueba por la ausencia de olor), pues de lo contrario se inflamarían sus vapores. El sulfuro de carbono es muy irritante para la piel, por lo que debe ser evitado su contacto directo.
- 2.2.2. Tetracloruro de carbono, R. A. — Debido a no ser inflamable, este disolvente es el que se emplea normalmente para determinar la solubilidad de los betunes asfálticos, en lugar del sulfuro de carbono. No se puede aplicar a alquitranes ni a productos del petróleo que hayan sufrido fuerte descomposición térmica, excepto si se emplea tal como se describe en la sección 3.3.2. Muy tóxico.
- 2.2.3. Benceno, R. A. — Este disolvente se emplea a veces en lugar del sulfuro de carbono y es adecuado para usarlo con betunes asfálticos. Aunque en algunos casos se suele solicitar la solubilidad del alquitrán en benceno, el procedimiento que se describe aquí no es recomendable para tales ensayos. Es sumamente tóxico e inflamable.
- 2.2.4. Tricloretileno, R. A. — Este disolvente no es inflamable y se puede aplicar para determinar la solubilidad de betunes asfálticos en sustitución del sulfuro de carbono, pero no es aplicable a alquitranes ni a productos del petróleo que hayan sufrido una fuerte descomposición térmica. Es menos tóxico que el tetracloruro de carbono.

3. PROCEDIMIENTO

- 3.1. Preparación
- 3.1.1.

- 3.2. Temperatura
- 3.2.1

- 3.3. Ejecución
- 3.3.

3. PROCEDIMIENTO

3.1. Preparación del crisol de Gooch.

3.1.1. Se monta la alargadera en el Kitasatos por medio de un tapón horadado y el crisol en la alargadera mediante el anillo de goma, conectándose el conjunto al sistema de vacío. Se llena el crisol con la suspensión de amianto en agua, dejando 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 con aproximación de 0,1 mg. 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 absorbe, aparentemente de forma irreversible, una pequeña cantidad de betún soluble, normalmente de 1 a 5 mg por gramo de amianto.

3.2. Temperatura de ensayo.

3.2.1. Normalmente la temperatura a la cual 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, la muestra en solución debe mantenerse en un baño de agua entre 37,5 y 38 °C durante 1 hora antes de la filtración, aunque cuando se emplee sulfuro de carbono los ensayos deben realizarse siempre a temperatura ambiente, debido a los peligros que lleva consigo el desprendimiento de sus vapores.

3.3. Ejecución del ensayo.

3.3.1. Procedimiento general.

3.3.1.1. Se pesan con precisión de 1 mg unos 2 g de muestra en un Erlenmeyer tarado de 125 cm³ de capacidad u otro recipiente adecuado. Se añaden 100 cm³ del disolvente elegido en pequeñas porciones y agitando continuamente hasta que desaparezcan todos los grumos y no quede material adherido a las paredes. Se tapa el recipiente y se deja en reposo durante 15 minutos, salvo que se siga el procedimiento descrito en el apartado 3.2.1.

3.3.1.2. Se coloca el crisol de Gooch en la alargadera, se humedece la capa de amianto con una pequeña cantidad de disolvente limpio y se decanta la solución sobre el crisol, ayudándose de una ligera succión si fuera necesario.

Cuando la fracción insoluble es apreciable, se procurará que ésta quede retenida lo más posible en el recipiente. Se lava el recipiente con pequeñas cantidades de disolvente y se transfiere finalmente todo su contenido al crisol, ayudándose con un pequeño chorro de disolvente; esta operación se facilita empleando una varilla de vidrio con un trozo de tubo de goma en su extremo para recoger las partículas de la fracción insoluble. Finalmente se lava el recipiente y la varilla con disolvente agregando estos lavados al crisol.

- 3.3.1.3. Se lava el crisol con nuevas porciones de disolvente hasta que el filtrado pasa incoloro, aplicando una ligera succión para eliminar las últimas porciones de disolvente.
- 3.3.1.4. Se quita el crisol de la alargadera, se limpia su fondo con disolvente y se coloca encima de un vidrio de reloj limpio sobre una estufa o baño maría hasta que no huele al disolvente, tomándose las debidas precauciones que se indican en la sección 2.2. Se pasa a continuación a una estufa a 110 ± 5 °C durante 20 minutos como mínimo. Se enfría en un desecador y se pesa, repitiendo los procesos de secado y pesado hasta obtener una diferencia menor de 0,3 mg.

Nota. — Con objeto de obtener resultados precisos, el tiempo de enfriamiento en el desecador debe ser aproximadamente el mismo, entre ± 5 minutos, después de todos los calentamientos. Por ejemplo, si el crisol vacío se ha pesado después de 30 minutos de enfriamiento en el desecador, cuando contenga el residuo insoluble se debe pesar después de 30 ± 5 minutos de enfriamiento en el desecador. Tanto los crisoles vacíos como los que contengan residuo insoluble, si han estado en un desecador durante toda la noche, se deben calentar de nuevo en una estufa durante 30 minutos por lo menos, dejándolos enfriar antes de pesarlos, por el período de tiempo ya indicado.

3.3.2. Procedimiento para determinar la proporción de betún en tetracloruro de carbono.

- 3.3.2.1. Algunas especificaciones exigen la determinación de la solubilidad del betún en tetracloruro de carbono. En estos casos se deben hacer dos ensayos de solubilidad; uno con sulfuro de carbono (porcentaje de betún por definición) y otro con tetracloruro de carbono como disolvente. Se sigue el procedimiento general descrito en el apartado 3.3.1, excepto que en este caso la solución de la muestra en tetracloruro de carbono se dejará por lo menos 12 horas fuera del contacto directo de la luz, antes de realizar la filtración.

4. RESULTADOS

4.1. Procedimiento general.

4.1.1. Se calcula, bien el porcentaje total de materia insoluble o el porcentaje de materia soluble en el disolvente empleado, de la manera siguiente:

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

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

donde:

A = Masa total de la materia insoluble.

B = Masa total de la muestra.

4.1.2. Para porcentajes de materia insoluble menores de 1,0, el resultado se expresa con aproximación del 0,01 por 100; para porcentajes de materia insoluble de 1,0 o mayor, el resultado se expresa con aproximación del 0,1 por 100. Cuando se emplea sulfuro de carbono como disolvente, el porcentaje de materia soluble es, por definición, el porcentaje de betún.

4.2. Procedimiento para determinar la proporción de betún soluble en tetracloruro de carbono.

4.2.1. Se calcula el porcentaje de betún soluble en tetracloruro de carbono de la manera siguiente:

$$\text{Materia soluble, \%} = \frac{C}{D} \times 100$$

donde:

C = Porcentaje de materia soluble en tetracloruro de carbono.

D = Porcentaje de materia soluble en sulfuro de carbono (betún).

4.3. Precisión.

4.3.1. El criterio siguiente se puede seguir para juzgar la aceptabilidad de los resultados con el 95 por 100 de probabilidad.

Materiales y disolventes	Repetición	Repro- ducción
Productos asfálticos con solubilidad superior al 99 por 100 en: sulfuro de carbono, tetracloruro de carbono, tricloretileno o benceno	0,10	0,26
Alquitranes de consistencia líquida, en sulfuro de carbono	0,31	0,61
Alquitranes de consistencia semisólida, en sulfuro de carbono	0,48	2,34

5. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

A.S.T.M. D 2042-66.
UNE 7005.
UNE 7113.