Equivalente heptano-xileno de los materiales bituminosos (ensayo de la mancha)

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

1.1 Esta norma de ensayo es aplicable solamente a productos asfálticos derivados del petróleo y no se aplicará a asfaltos naturales conteniendo materiales no bituminosos insolubles en xileno.

1.2 Se emplea para determinar el equivalente de heptano-xileno (la cantidad de xileno requerido para suprimir la mancha producida por dispersión en heptano normal), el cual indica si un asfalto ha sufrido descomposición térmica *(cracking)* o alterado por sobrecalentamiento durante, o posteriormente, al proceso de refino.

1.3 Los materiales que hayan sido clasificados como positivos con el disolvente normalizado pueden ser ensayados posteriormente, para determinar su grado de positividad, por medio de su «equivalente de xileno». El equivalente de xileno será el porcentaje, en volumen de xileno, más bajo en un disolvente compuesto de xileno y heptano normal, de características especificadas, el cual produce una «mancha negativa», para el producto asfáltico analizado. Este será denominado equivalente heptano-xileno. El porcentaje de xileno en el disolvente se variará en incrementos del 5 por 100. Si no se especifica ningún equivalente de xileno, solamente se empleará como disolvente el heptano normal.

2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1 Matraz, de 50 cm^3 de capacidad, modelo Florencia o tipo Soxhlet, de boca ancha y fondo plano, de aproximadamente 45 mm de diámetro y 60 mm de altura.

2.2 Tapón de corcho para el matraz provisto de un tubo de vidrio de 200 mm de longitud y 6,5 mm de diámetro.

2.3 Placa de vidrio lisa y transparente que se prepara de la forma siguiente: Se limpia primero con tetracloruro de carbono, después con agua y jabón, se seca y, finalmente, se limpia con un producto especial para limpieza de vidrio. Después de este tratamiento, una gota de disolución del producto bituminoso deberá fluir con suavidad para formar una mancha de bordes elípticos uniformes. Si no se consigue esto, se vuelve a limpiar de nuevo.

2.4 Pipeta de 10 cm^3 graduada en 1/10.

2.5 Varilla de vidrio con sus extremos redondeados.

2.6 Baño termostático.

2.7 Papel de filtro Whatman, del número 50, de 70 mm de diámetro.

2.8 El xileno, para la determinación del equivalente de xileno, será del tipo químicamente puro, y cuando se destila según el método estándar AASHO Designación: T 115, lo hará entre 137 y 140 °C.

2.9 Heptano normal que cumplirá los siguientes requisitos:

Densidad a 20 °C, g/cm^3	0,68380 ± 0,00015
Indice de refracción, a 20 °C.	1,38770 ± 0,00015
Punto de congelación, °C ...	− 90,710 mínimo

Destilación:

Temperatura para obtener el 50 % de destilado, °C	98,427 ± 0,025
Incremento de temperatura para un aumento de destilado del 20 al 80 %, °C ...	0,020 máximo

2.10 Glicerina o etilenglicol.

3 PROCEDIMIENTO

3.1 Preparación de la muestra

3.1.1 Para asfaltos sólidos o semisólidos el ensayo se realiza sobre el material original. Para asfaltos fluidificados del tipo de curado lento que tengan menos del 15 % en volumen que destile por debajo de 360 °C (NLT-134), el ensayo se realiza sobre el material original, excepto en los casos dudosos, que se hará sobre el residuo de destilación. Para otros tipos

de asfaltos fluidificados el ensayo se hace, en todos los casos, sobre el residuo de destilación.

3.2 Ejecución del ensayo

3.2.1 Ensayo cualitativo

3.2.1.1 Se colocan en el matraz 2 ± 0,02 g de la muestra. Si no fluye fácilmente a la temperatura ambiente, se calienta el matraz cuidadosamente hasta que la muestra se extienda en una capa fina, cubriendo el fondo del matraz, el cual se deja enfriar a la temperatura ambiente.

3.2.1.2 Con la pipeta se añaden al matraz 10,2 cm^3 de heptano. Se coloca rápidamente en el cuello del matraz el tapón de corcho con el tubo de 200 mm de longitud y se agita el matraz con un rápido movimiento circular durante 5 segundos. Se sumerge el matraz, hasta su cuello, en un baño de agua hirviendo (a menos que la muestra sea un líquido ligero, en cuyo caso no es necesario el calentamiento).

3.2.1.3 Se saca el matraz del baño y se agita durante 5 segundos, al final de cada minuto de inmersión en el agua, hasta que la dispersión sea completa. Si la dispersión no se consigue dentro de 8 minutos, se repetirá el ensayo con otra muestra nueva y manteniendo el baño a una temperatura 14 °C más alta, hasta que se consiga la dispersión dentro de los 8 minutos. Para estas temperaturas más elevadas será necesario sustituir el agua por glicerina y etilenglicol.

3.2.1.4 Una vez conseguida la dispersión completa, la cual se observa inclinando el matraz, se introduce el tubo de vidrio, de modo que su extremo quede por debajo del nivel del líquido y se deja enfriar el matraz durante 30 minutos a temperatura ambiente.

3.2.1.5 La mezcla del material asfáltico y disolvente se calienta durante 15 minutos en un baño de agua mantenido a una temperatura de 32 ± 0,5 °C. La mezcla se agita completamente y, por medio de una varilla limpia, se coloca una gota de la mezcla caliente sobre el papel de filtro Whatman núm. 50. Después de 5 minutos se examina la mancha, manteniendo el papel a la distancia que dé el brazo extendido y con el plano del papel en ángulo recto a la línea de visión, con una buena fuente de luz (preferiblemente luz solar difusa) a espaldas del observador. Si la gota forma una mancha circular parda o parda amarillenta con un núcleo sólido más oscuro en el centro, el ensayo se considera positivo.

3.2.1.6 Si, por el contrario, la gota forma una mancha circular parda y uniforme, se reservará el dictamen y la mezcla del material con el disolvente en el matraz, bien tapado, se coloca en una habitación débilmente iluminada y a temperatura ambiente, con objeto de repetir el ensayo a las 24 horas. La mezcla se calienta como antes a 32 ± 0,5 °C durante 15 minutos, se agita enérgicamente hasta que sea uniforme y se coloca una gota en el papel del filtro. Si la gota forma todavía una mancha circular parda y uniforme, el ensayo se considerará como negativo, pero si ahora se forma en el centro de la mancha un núcleo sólido más oscuro, como se describió antes, el ensayo se considerará positivo.

3.2.1.7 Procedimiento en casos dudosos. En estos casos se repite el ensayo por completo. Cualquier pérdida de peso del disolvente durante la dispersión se compensará por adición de disolvente al matraz: después que la dispersión ha sido conseguida, se mantiene en la oscuridad a una temperatura de 25 ± 1,5 °C, hasta que se haga el ensayo a las 24 horas. Se calienta como siempre a 32 ± 0,5 °C durante 15 minutos y se coloca una gota de la mezcla sobre el papel de filtro. Si el aspecto de la gota sobre el papel de filtro no es todavía claro, se hará el ensayo sobre la placa de vidrio, como se indica a continuación.

3.2.1.8 La gota de la mezcla se coloca sobre la lámina de vidrio, mantenida formando un ángulo de 45° con la horizontal. Si la gota fluye formando en el centro de su camino una raya mate oscura, el contorno de la cual queda bien definido frente a la zona exterior lisa, clara, brillante y parda cuando se observa la lámina de vidrio con luz reflejada contra un fondo oscuro, el ensayo se considerará como positivo.

3.2.1.9 Si, por el contrario, la gota fluye formando una película uniforme, clara, brillante y parda, sin la raya central descrita en el párrafo anterior, el ensayo se considerará como negativo.

3.2.2 Ensayo cuantitativo. Equivalente de xileno.

3.2.2.1 El procedimiento seguido en el ensayo del equivalente de xileno es el mismo que el descrito anteriormente, excepto que el disolvente está compuesto de xileno y heptano normal.

3.2.2.2 Para determinar el equivalente de xileno se dispersan dos o más muestras del material a ensayar en la mezcla de disolventes, variando el porcentaje de xileno en incrementos del 5 % en volumen. El ensayo se continúa hasta que se encuentren dos soluciones, una de las cuales dé resultado positivo, mientras que la siguiente (en la cual el disolvente contiene 5 % más de xileno) da un resultado negativo.

3.2.2.3 Cuando la aceptación de un material está basada en un determinado equivalente de xileno, no necesita ser determinado el porcentaje exacto de xileno más bajo que produce un resultado negativo. La muestra puede ensayarse con un disolvente compuesto de xileno y heptano normal de acuerdo con el equivalente especificado. Cualquier material que dé un resultado negativo para este disolvente se considerará que tiene un equivalente de xileno menor que el especificado. Por ejemplo, «menor del 35 % de equivalente heptano-xileno».

4 RESULTADOS

4.1 Cálculos

4.1.1 El equivalente de xileno se calcula por el porcentaje de xileno, en intervalos del 5 % para suprimir la mancha (cambio de positivo o negativo).

4.2 Expresión de los resultados

4.2.1 **Ensayo cualitativo.** El resultado se expresará simplemente como negativo o positivo.
4.2.2 **Ensayo cuantitativo.** El equivalente de xileno se expresará por el porcentaje de xileno en los dos disolventes usados. Por ejemplo, equivalente heptano-xileno de 20-25 % y significa que el resultado era positivo con 20 % de xileno y negativo con 25 %.

5 OBSERVACIONES

5.1 Al calentar el matraz con objeto de distribuir la muestra en una película delgada, evitar el sobrecalentamiento.

5.2 Asegurarse de que los disolventes empleados cumplen los requisitos indicados de pureza. Los disolventes impuros constituyen la mayor fuente de error.

6 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

AASHTO T 102-42 «Spot Test of Asphaltic Materials».

7 NORMA PARA CONSULTA

NLT-134 «Destilación de betunes fluidificados».