

COLEGIO INGENIEROS DE CAMINOS  
BIBLIOTECA

LABORATORIO DEL TRANSPORTE  
Y MECANICA DEL SUELO

**Método para la determinación de la  
solubilidad en sulfuro de carbono de  
los materiales bituminosos**

NLT-129/63

(NORMA PROVISIONAL)

1. OBJETO

- 1.1. Este método recoge el procedimiento que debe seguirse para la determinación de la solubilidad en sulfuro de carbono de los materiales conteniendo por lo menos 25 % de betún.
- 1.2. Por definición, se llama betún a la mezcla de hidrocarburos y sus derivados solubles en sulfuro de carbono.
- 1.3. El contenido de betún se puede determinar, casi siempre, de modo efectivo por el método núm. 1, indicado en 3.3.1; pero en aquellos materiales que contienen gran cantidad de materia mineral muy fina, ésta ciega el crisol, o no queda retenida, según el grado de finura, en cuyo caso debe seguirse el método núm. 2, indicado en 3.3.2.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Crisoles de Gooch, cuyas dimensiones sean aproximadamente las siguientes: diámetro de la boca, 4,4 cm.; diámetro del fondo, 3,6 centímetros, y altura, 2,5 cm.
- 2.2. Fibra de amianto, del tipo para crisol de Gooch, lavada a los ácidos, cortada en trozos menores de 1 cm. de largo y dispersa por agitación en agua.
- 2.3. Vasos de forma baja de 150 cc. y 30 cc. con pico.
- 2.4. Kitasatos de 500 cc.
- 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.

### 3. PROCEDIMIENTO

#### 3.1. Preparación de la muestra.

3.1.1. La muestra será representativa, y si contiene más del 2 % de agua, se deshidratarán por destilación siguiendo el método normal de determinación de agua en creosota. Si el material es duro y quebradizo, podrá ser molido y desecado a una temperatura inferior a la de volatilización del material. También podrá 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 un peso de  $0,5 \pm 0,1$  gr. después de calcinada.

Después de la succión se lava completamente con agua destilada, se deseca en la estufa y se calcina al rojo sombra. 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.

El peso del amianto debe mantenerse dentro del límite de  $0,5 \pm 0,1$  gr. 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).

#### 3.3. Realización del ensayo.

##### 3.3.1. Método núm. 1.

3.3.1.1. Se pesan en la balanza analítica unos 2 gramos de muestra, dentro de un vaso de 150 cc., previamente tarado. Se añaden en pequeñas porciones 100 cc. de sulfuro de carbono, agitando constantemente, hasta que desaparecen todos los grumos y no queda material adherido a las paredes. Se cubre el vaso con un vidrio de reloj y se deja en reposo durante quince minutos.

3.3.1.2. Se decanta cuidadosamente la solución al crisol de Gooch, ayudándose para la filtración, si es necesario, con una ligera succión y reteniendo en el vaso el sedimento hasta que ha filtrado todo el líquido. Se lava el vaso con una pequeña cantidad de sulfuro de carbono y se pasa todo el sedimento al crisol de Gooch. Se lava el vaso y el crisol con nuevas porciones de sulfuro de carbono hasta que el líquido filtrado pasa incoloro. Se aplica entonces una succión mayor para eliminar todo el disolvente. Se qui-

ta el crisol de la alargadera, se lava el fondo con disolvente y se coloca el crisol sobre un vidrio de reloj limpio, encima de una estufa hasta que, prácticamente, se ha evaporado todo el disolvente. Se pasa entonces a la estufa a  $110 \pm 10^\circ \text{C.}$ , durante veinte minutos como mínimo. Se deja enfriar en un desecador y se pesa.

3.3.1.3. Si queda adherida algo de materia insoluble a las paredes del vaso, se seca éste en la estufa a  $110^\circ \text{C.}$  y se pesa. El peso del residuo que queda en el vaso se añade al del material insoluble en el crisol.

3.3.1.4. Si se necesita determinar la materia mineral, se calienta el crisol de Gooch hasta que las manchas negras o incandescentes se han calcinado completamente. Se enfría en un desecador y se pesa. A este peso se le añade el peso del residuo que quedó adherido a las paredes del vaso. Si en el residuo hay algún carbonato mineral, se añade a las cenizas unas pocas gotas de solución de carbonato amónico, se deseca a  $110^\circ \text{C.}$ , se calienta a continuación unos minutos al rojo sombra, se enfría en el desecador y se pesa.

3.3.1.5. En el caso de que algo de materia mineral haya podido pasar a través del crisol de Gooch, se hace una corrección como se describe en la sección 3. 3. 2. 4.

### 3.3.2. Método núm. 2.

3.3.2.1. Se pesan en una balanza analítica unos 2 gramos de muestra dentro de un vaso tarado de 30 cc. Se añaden para ayudar a la filtración unos 0,5 gr. de tierra de diatomeas recién calcinadas, pesados con precisión de 0,0001 gr. Se cubre con 25 cc. de sulfuro de carbono y se agita la tierra de diatomeas dentro del líquido. Se deja el vaso cubierto con un vidrio de reloj una hora como mínimo, agitando, de de cuando en cuando, para disolver la muestra completamente.

3.3.2.2. 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 alargadera, 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  $110^\circ \text{C.}$  durante veinte minutos

- como mínimo. Se deja enfriar en un desecador y se pesa.
- 3.3.2.3. 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.
- 3.3.2.4. 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.
- 3.3.2.5. Si se necesita determinar la materia mineral, se calcina conforme se indicó en el párrafo 3.3.1.4. Al residuo de la calcinación se le añaden el residuo adherido a las paredes del vaso (párrafo 3.3.2.3.) y el obtenido en la calcinación del líquido filtrado (párrafo 3.3.2.4.).
- 3.3.2.6. 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 = Peso de la muestra (sin agua).

B = Peso neto del residuo insoluble.

C = Peso neto de la materia mineral calcinada.

D = Peso 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 %.
- 4.3. Los resultados no se diferenciarán del valor medio en más de las siguientes cantidades:

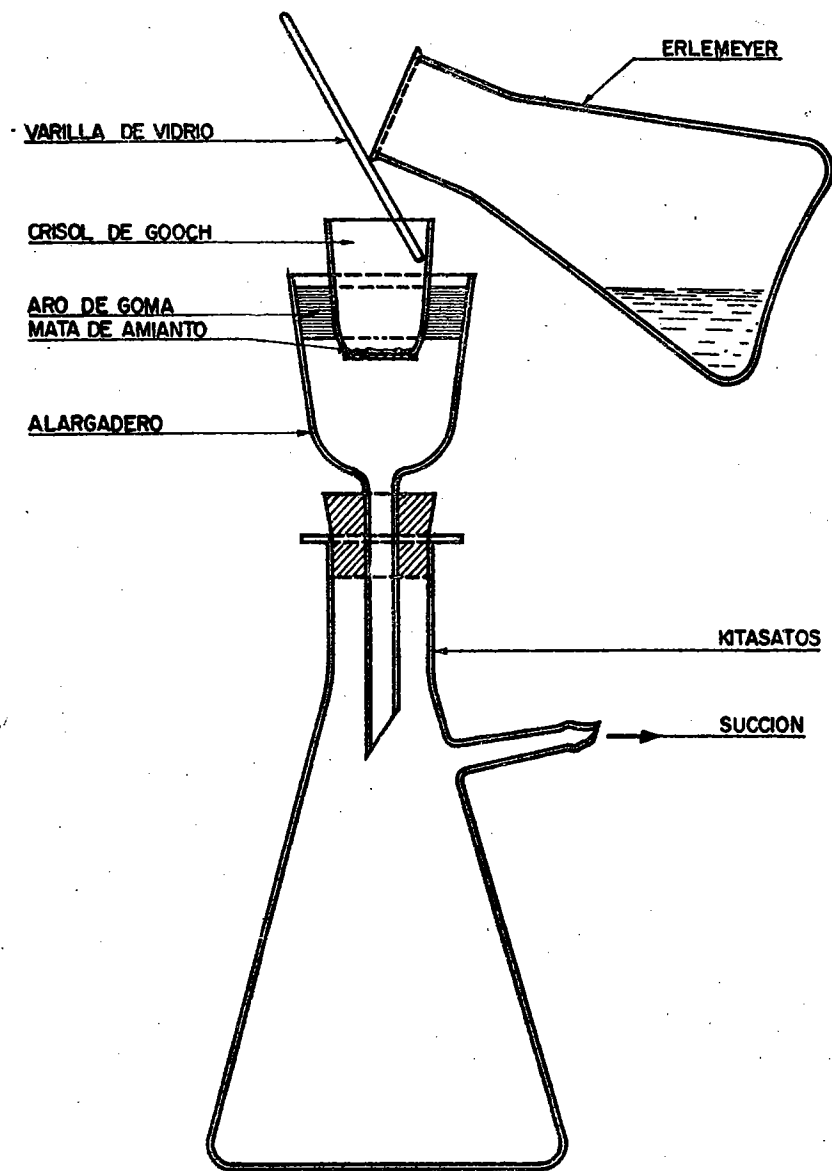
% de betún en peso	Repetición	Reproducción
De 98 a 100	0,05	0,10
Menor de 98	0,25	0,50

## 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, siendo aconsejable trabajar en vitrina para eliminar rápidamente los vapores.
- 5.2. Debe seguirse lo prescrito para la cantidad de amianto que forma la placa filtrante del crisol, así como el realizar todas las pesadas con el máximo cuidado y precisión.

## 6. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM. Designación: D 4 - 52.  
AASHO. » T 44 - 54.  
UNE. 7005.



VISTA DE CONJUNTO DEL DISPOSITIVO DE FILTRACION