

**Método para la realización del ensayo  
de destilación de emulsiones de betún**

NLT-139/63

1. OBJETO

- 1.1. Este método recoge el procedimiento que debe seguirse para efectuar el ensayo de destilación de las emulsiones bituminosas.
- 1.2. En este ensayo se destila una muestra de 200 gr. de la emulsión hasta una temperatura de 260° C. Se determina la proporción del residuo y con este material se puede realizar los ensayos de penetración, solubilidad, ductilidad, peso específico y cenizas para caracterizar el material bituminoso empleado.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1. Aparato de destilación compuesto por:

2.1.1. Retorta de hierro.—Una retorta de hierro, de forma cilíndrica 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. Las dimensiones interiores serán, aproximadamente, las siguientes: diámetro 90 mm. y altura 150 mm. La tapa está provista de dos orificios, en uno de los cuales, de 2,54 cm. de diámetro interior, se adaptará el tubo de desprendimiento. Para su calefacción se empleará un mechero en forma de anillo de unos 100 mm. de diámetro interno, provisto de orificios para producir las llamas en la parte interior. La forma, dimensiones y tolerancias son las indicadas en la figura 1.

Para su empleo con aquellos materiales que producen una espuma excesiva, se empleará una retorta de tipo especial, la cual está provista de una cámara de expansión con la forma, dimensiones y tolerancias que se indican. Para esta retorta son necesarios, además del mechero de 100 mm., otros dos, uno, de unos 150 mm. de diámetro interno con los orificios en la parte interior y otro, de unos 50 mm. de diámetro con los orificios en la parte superior (Fig. 2).

- 2.1.2. Tubo de desprendimiento.—Un tubo de desprendimiento de vidrio, de la forma y dimensiones indicadas en la figura 1.
- 2.1.3. Refrigerante.—Un refrigerante recto, de las formas y dimensiones que se indican en la figura 1.

- 2.1.4. Probeta.—Una probeta graduada de 100 cc.
- 2.1.5. Protector de cinc.—Un protector de cinc para cubrir el tubo de desprendimiento, con la forma y dimensiones que se indican en el detalle de la figura 3.
- 2.2. Termómetro.—Un termómetro para destilación a baja temperatura, con escala de  $-2$  a  $+ 300^{\circ}$  C., de acuerdo con los requisitos para los termómetros 7C-39, que se prescriben en las normas ASTM D: E-1 para termómetros.
- 2.3. Tamiz.—Un tamiz con malla del núm. 50, de acuerdo con las prescripciones de las normas ASTM D: E-11-39 para mallas de tamices.

### 3. PROCEDIMIENTO

- 3.1. Se monta el aparato conforme se indica en la figura, teniendo cuidado de que todas las conexiones queden bien ajustadas.
- 3.2. Se pesan, exactamente, 200 gr. de la emulsión en la retorta de hierro que ha sido previamente tarada. En el tarado se incluyen la retorta, la tapa, la abrazadera, el termómetro y la junta de papel.
- 3.3. La junta de papel, empapada en aceite mineral, se coloca entre la retorta y la tapa. La tapa se aprieta firmemente sobre la retorta.
- 3.4. El termómetro se acopla en el agujero más pequeño de la tapa por medio de un corcho, de manera que la parte inferior del bulbo quede a una distancia de 6 mm. del fondo de la retorta.
- 3.5. Se coloca el mechero alrededor de la parte superior de la retorta, comenzando la calefacción. También se calentará el tubo de desprendimiento por medio de un mechero Bunsen con mariposa, para evitar que el agua se condense en él.
- 3.6. Después de que, prácticamente, se ha destilado todo el material volátil a esta temperatura y la del residuo se ha elevado hasta  $121^{\circ}$  C., se baja el mechero a la mitad de la retorta y se mantiene en esta posición hasta que se alcanzan los  $176^{\circ}$  C. Se baja entonces rápidamente el mechero a 6 mm. respecto al fondo de la retorta y se calienta hasta los  $260^{\circ}$  C, manteniendo esta temperatura durante quince minutos. Este último período de calentamiento es necesario para asegurarse de que se obtiene un residuo homogéneo en la retorta.
- 3.7. A la terminación de la calefacción se pesa de nuevo la retorta y se calcula el residuo obtenido en tanto por ciento respecto a la cantidad de emulsión inicial (Nota). Se quita la tapa y se hecha el residuo, haciéndolo pasar previamente por el tamiz del núm. 50 (297 micrones), en los moldes y recipientes necesarios para determinar sus características, dejándolo enfriar en éstos, sin cubrirlos, a la temperatura ambiente.

*Nota.*—La retorta de hierro a temperatura ambiente (párrafo 3.2.) pesa 4 gr. más que a  $260^{\circ}$  C. (párrafo 3.7.). Esta diferencia se atribuye al empuje del aire a  $260^{\circ}$  C. Corregir este error añadiendo 4 gr. al peso total obtenido en el párrafo 3.7. antes de calcular el porcentaje de residuos por destilación.

- 3.8. Con el residuo se pueden realizar los siguientes ensayos: Peso específico, Penetración, Ductilidad, Solubilidad en sulfuro de carbono

y Cenizas, siguiendo los métodos de ensayo NLT-122, NLT-124, NLT-126, NLT-129 y NLT-132, respectivamente.

- 3.9. Cuando no sea posible realizar la destilación de la emulsión de betún con la retorta descrita en el párrafo 2.1.1., debido a que se produce demasiada espuma, se empleará el modelo modificado y se seguirá el siguiente procedimiento:

Se coloca el mechero de 150 mm. de diámetro alrededor de la parte más ancha y cerca de la parte superior de la retorta, sirviendo a la vez como soporte. El mechero de 100 mm. de diámetro se coloca inmediatamente debajo de la expansión y el mechero de 50 mm. a una distancia mayor de 5 cm. respecto del fondo de la retorta. Se comienza la destilación calentando solamente con el mechero 50 mm., debiendo destilar prácticamente todo el material volátil en unos 45 minutos. Cuando parece que cesa de destilar, se encienden los otros dos mecheros con poca llama, siguiendo la destilación hasta que de nuevo parece que vuelve a pararse, en cuyo momento se aumenta la calefacción dando más llama al mechero pequeño. Cuando se puede leer la temperatura en el termómetro se aumenta la velocidad de calefacción dando más llama a los dos mecheros grandes, hasta que la temperatura llega a 260° C. Si se nota que la espuma sube por el tubo de desprendimiento, se retira rápidamente el mechero pequeño y se introduce el fondo de la retorta hasta una altura de 5 cm. dentro de un recipiente con agua fría durante unos momentos, lo que evita que la espuma se desborde. Al reanudar la calefacción, hay que vigilar cuidadosamente el tubo de desprendimiento y repetir la inmersión en agua fría si es necesario.

Cuando el residuo ha alcanzado la temperatura de 260° C. y se mantiene esta temperatura durante quince minutos, se procede a continuación como se indicó en el párrafo 3.7., para la retorta de tipo normal.

- 3.10. Aun cuando la destilación debe realizarse en un período de tiempo comprendido entre una hora y hora y quince minutos desde que se aplica por primera vez la llama, el tiempo máximo no es obligatorio, ya que en algunos casos puede ser necesario más tiempo con el fin de evitar que la espuma que se produce pase al refrigerante.
- 3.11. Si el residuo de la destilación que queda en la retorta tiene un aspecto granular o heterogéneo, se agitará con una espátula hasta que fluya desde la espátula en forma de hilos y no en forma de gotas, vertiéndolo entonces a los moldes en que se van a realizar los ensayos.

#### 4. RESULTADOS

- 4.1. Los resultados se expresarán en tanto por ciento en peso respecto al material total y con aproximación del 1 %.

#### 5. OBSERVACIONES

- 5.1. Hay que procurar que todas las conexiones queden bien ajustadas.

- 5.2. Casi todas las emulsiones tienden a producir espuma, por lo cual suele ser conveniente el empleo de la retorta con cámara de expansión.

## 6. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM Designación: D 244-60  
AASHO » T 59-49

