

Contenido de ligante en mezclas bituminosas

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

1.1 Esta norma describe dos procedimientos, operativos, fundamentalmente iguales pero con técnica diferente, que deben seguirse para la determinación cuantitativa del contenido de ligante en las mezclas bituminosas.

1.2 En el ensayo, la mezcla bituminosa se trata en frío con un disolvente del ligante como tricloroetileno, 1,1,1 tricloroetano, o cloruro de metileno, separando, mediante el empleo de un aparato de extracción, la disolución de los áridos. El contenido de ligante se calcula por diferencia entre la masa inicial de la mezcla y la masa final de los áridos, efectuando, si procede, las correcciones por humedad y cenizas. La granulometría de los áridos recuperados por este método se puede determinar siguiendo el procedimiento descrito en la norma NLT-165.

1.3 El método se utiliza en la determinación cuantitativa del betún en mezclas bituminosas para pavimentación con fines de especificación, control e in-

vestigación. Aunque el betún asfáltico se define como el material bituminoso totalmente soluble en sulfuro de carbono, en esta norma se emplean otros disolventes no inflamables y menos tóxicos, puesto que la solubilidad de la mayoría de los betunes en estos disolventes es prácticamente la misma que en el sulfuro de carbono.

1.4 El método es inadecuado para la determinación de la materia volátil que pueda estar presente en la mezcla.

2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1 Estufa, de dimensiones adecuadas, capaz de regular su temperatura a 110 ± 5 °C.

2.2 Bandejas, de unos 30 × 20 × 2,5 cm (largo, ancho, alto).

2.3 Balanza, con una precisión de al menos 0,01 % de la masa de la muestra de ensayo.

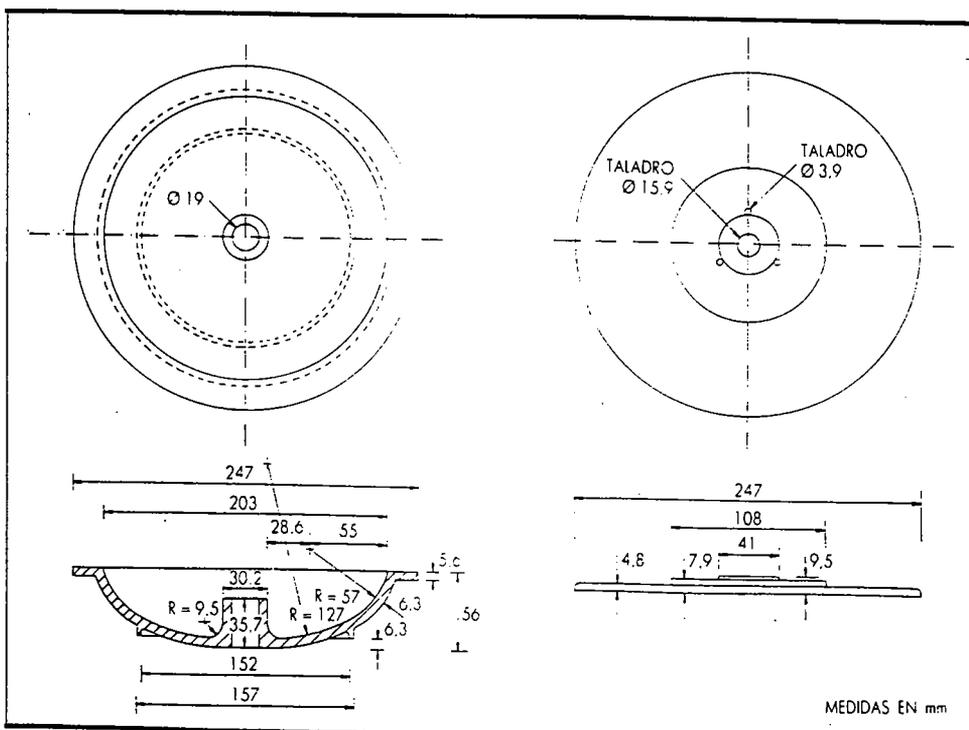


FIGURA 1. Aparato de extracción tipo cubeta.

2.4 Balanza analítica.

2.5 Probetas graduadas, de 1.000 y 2.000 cm³; subdivisión: 1 % de la capacidad.

2.6 Cápsulas de porcelana de 125 cm³ de capacidad.

2.7 Desecador.

2.8 Baño maría.

2.9 Aparato extracción tipo cubeta. Consiste en un recipiente de aluminio con la forma y dimensiones que se muestran en la figura 1, que pueda girar sobre su eje a velocidades crecientes hasta un máximo de 367 rad/s (3.500 r.p.m.). El aparato dispondrá de un cerramiento exterior que recoja la disolución y de un tubo de salida para la misma. El funcionamiento podrá ser manual o eléctrico, siendo el motor, en este caso, a prueba de explosiones. El aparato se situará durante su funcionamiento en vitrina de ventilación para eliminar rápidamente los vapores del disolvente utilizado.

2.10 Papel de filtro, anular de dimensiones y porosidad apropiadas, para interponer entre el recipiente y su tapa. El contenido de cenizas del papel será inferior al 0,2 % en masa del mismo.

2.11 Extractor centrífugo SMM. El extractor (Nota 1), cuyo esquema simplificado se ilustra en la figura 2, está constituido esencialmente por un embudo soporte de dimensiones adecuadas en el que se alojan uno o varios tamices, situados de modo que el

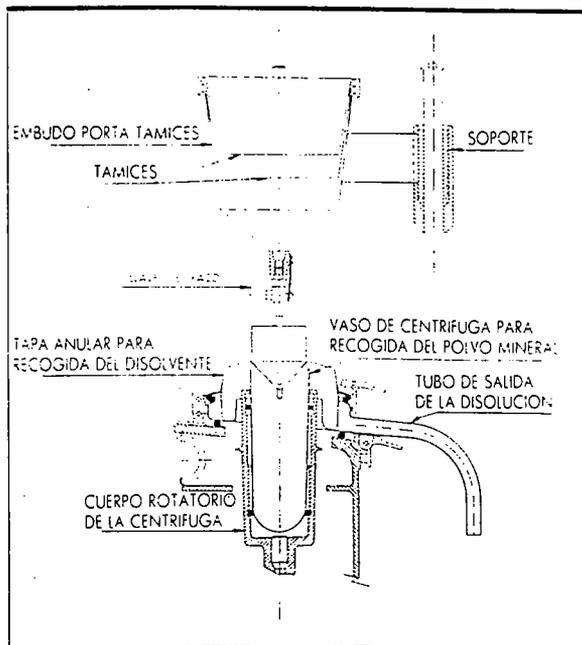


FIGURA 2. Esquema simplificado del extractor centrífugo SMM.

inferior sea siempre el UNE 80 μm . Debajo del embudo se dispone de una llave de paso que permite regular el caudal de la disolución, con el polvo mineral disperso, que se conducen a un vaso de centrifuga metálico, figura 3. Este vaso se sitúa en un sistema electromecánico que proporciona a aquél un movimiento de rotación, sobre su eje vertical, de 995 rad/s (9.500 r.p.m.). El aparato se cierra en su parte superior, por encima del vaso de centrifugación, con una tapa de forma anular que recoge y da salida a la disolución exenta de polvo mineral. El extractor centrífugo debe situarse debajo de campana extractora para eliminar rápidamente los vapores procedentes del disolvente utilizado.

Nota 1. Este aparato, denominado «Centrifuga de Extracción SMM», sistema Roger y Derungs, se fabrica por «Spindel-Motoren-u. Maschinenfabrik A.-G.» Uster, Suiza.

2.12 Carbonato amónico $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, R. A. (Nota 2), solución saturada.

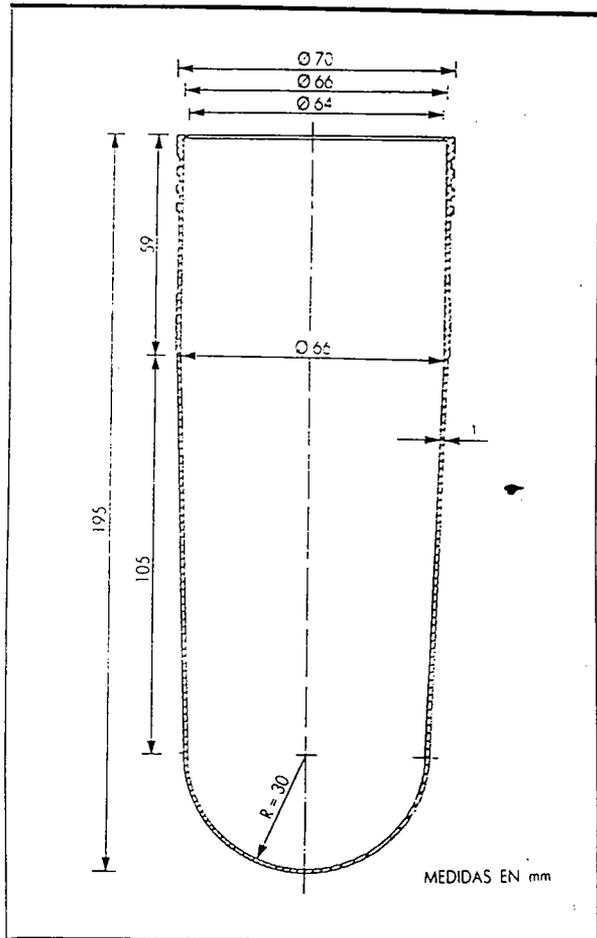


FIGURA 3. Vaso de la centrifuga.

2.13 Disolventes: tricloroetileno, $\text{Cl}_2\text{C}:\text{CHCl}$; 1.1.1 tricloroetano, CH_2CCl_3 , o diclorometano, CH_2Cl_2 , todos del grado, R. A. (Notas 2 y 3).

Nota 2. Se pueden emplear otros grados de pureza siempre que el reactivo sea lo suficientemente puro para permitir su utilización sin detrimento de la precisión del método.

Nota 3. Por causa de la toxicidad de los disolventes referidos, éstos deben utilizarse siempre en campana extractora o en zonas con una buena ventilación. Como norma general, las concentraciones máximas aceptables, en partes por millón, son:

	Exposición 8 h 5 días/semana
Tricloroetileno	100 p.p.m.
Diclorometano	200 p.p.m.
1.1.1. Tricloroetano	350 p.p.m.

3 PREPARACION DE LA MUESTRA

3.1 Si la muestra no está suficientemente blanda para disgregarla con ayuda de una espátula, se calienta sobre una bandeja a una temperatura de $110 \pm 5^\circ\text{C}$ durante el tiempo mínimo suficiente para que la mezcla se pueda manipular con facilidad.

3.2 Se disgrega la mezcla manualmente con cuidado en evitación de rotura de las partículas de árido mineral. Se cuartea la muestra hasta obtener una masa representativa del material adecuada para el ensayo.

3.3 La cantidad de muestra representativa para ensayar estará conforme con la tabla siguiente:

TAMAÑO MÁXIMO NOMINAL DEL ÁRIDO (mm)	MASA MÍNIMA DE MUESTRA (kg)
5	0,5
10	1
12	1,5
20	2
25	3
40	4

3.4 Se determina en una porción aparte, de unos 500 g, representativa de la muestra, el contenido de agua de la misma siguiendo el método de ensayo NLT-123, empleando la retorta metálica.

3.5 Si no está prevista la recuperación del ligante para su posterior caracterización, NLT-353, se puede, previamente a la extracción, secar la muestra de ensayo hasta masa constante en estufa a $110 \pm 5^\circ\text{C}$ en vez de determinar el contenido de humedad, según 3.4.

4 PROCEDIMIENTO

4.1 Método con aparato extractor tipo cubeta

4.1.1 Se pesa, en la cubeta del extractor, una cantidad de muestra que no exceda de 1,5 kg, con precisión no menor de 0,01 % de la masa de la misma. Se añade el disolvente elegido hasta que cubra la mezcla totalmente y se deja en reposo durante 1 h, como máximo, para disgregar la porción de muestra a ensayar. Se coloca y monta la cubeta con su contenido en el aparato de extracción; se seca el papel de filtro anular, se determina su masa con precisión de 0.1 g y se sitúa sobre la cubeta centrado con respecto al eje de giro de la misma. Se coloca y se cierra la tapa sobre la cubeta y, finalmente, se dispone un vaso en el tubo de salida para recoger la disolución.

4.1.2 Se pone en marcha la centrifuga, primero lentamente, y gradualmente se aumenta la velocidad hasta llegar a una máxima de 367 rad/s (3.500 r.p.m.) o hasta que deje de salir disolución por el tubo de salida. Se deja parar la centrifuga y se añaden 200 cm³ de disolvente limpio, realizando de nuevo la centrifugación y repitiendo este proceso como mínimo tres veces, o hasta que el disolvente salga limpio o a lo sumo con un ligero color pajizo. Se recogen y reservan todas las disoluciones extraídas.

4.1.3 Se desmonta la tapa y se quita el papel de filtro, que se deja secar al aire; se recupera, a continuación, la mayor parte de la materia mineral adherida al mismo, que se agrega al material árido en la cubeta; después, se seca el papel de filtro en la estufa a $110 \pm 5^\circ\text{C}$, hasta masa constante. Se tendrá mucho cuidado para evitar pérdidas de material mineral al manipular el papel de filtro, sobre todo cuando ya esté seco.

4.1.4 Se transfiere toda la materia mineral contenida en la cubeta a una cápsula de capacidad adecuada y se evapora a sequedad, primero, en un baño maría y, posteriormente, hasta masa constante, en una estufa a $110 \pm 5^\circ\text{C}$. Si se ha empleado como disolvente tricloroetileno o tricloroetano, se puede omitir el secado en baño maría. La masa de árido en la muestra es igual a la masa del árido en la cápsula más el incremento de masa determinado en el papel de filtro (Nota 4).

Nota 4. Puesto que el árido seco, cuando se expone en un ambiente húmedo, absorbe la humedad, la determinación de la masa se debe realizar inmediatamente después de que se haya enfriado hasta una temperatura conveniente.

4.1.5 Se recoge el total de la disolución extraída y se mide el volumen de la misma en una probeta gra-

duada, se agita para homogeneizar completamente y se toman unos 100 cm³, medidos con precisión, ± 1 cm³, y se transvasan a la cápsula de porcelana previamente tarada ($0,01 \pm 0,005$ g). Se evapora el disolvente a sequedad, primero en el baño maría y después se calcina al rojo sombra (500-600 °C). Una vez fría la cápsula se añaden 5 cm³ de carbonato amónico por gramo de cenizas, aproximadamente; se deja en digestión a temperatura ambiente durante 1 h, se seca en estufa a 100 °C, hasta pesada constante, se enfría en el desecador y se determina la masa en la balanza analítica ($0,01 \pm 0,005$ g).

4.2 Método del extractor centrífugo

4.2.1 La cantidad de muestra que pueda ensayarse con este método en cada extracción está limitada, fundamentalmente, por la cantidad máxima de polvo mineral que pueda retener el vaso de la centrífuga y que, en el modelo que se describe, no debe exceder de unos 50 g; por lo que si la muestra a ensayar tiene una cantidad mayor de tal material, se fraccionará lo necesario para que cada fracción no supere dicha cantidad.

4.2.2 El material a ensayar se pesa, con precisión no menor de 0,01 % de la masa de la muestra, en un recipiente metálico o de vidrio, limpio, seco y de masa previamente conocida. Se añade el disolvente a emplear hasta que cubra la muestra, removiendo ésta frecuentemente con una espátula para disgregarla.

4.2.3 Se determina la masa, con precisión de $0,01 \pm 0,005$ g, del vaso de centrífuga limpio y seco y se sitúa en posición en la centrífuga. Se monta en el embudo la serie de tamices, disponiéndolos con luz de malla decreciente de arriba a abajo y ocupando el lugar inferior el tamiz UNE 80 μ m. Se cierra la tapa del extractor y se pone en marcha la centrífuga.

4.2.4 Cuando la centrífuga esté a régimen normal de revoluciones, se remueve nuevamente la mezcla con el disolvente y se vierte la disolución sobre el embudo, regulando el caudal de la misma (100-150 cm³/min) mediante la llave de paso. Una vez transvasada la disolución, se añade al recipiente que contiene la muestra una nueva porción de disolvente limpio, removiendo y volviendo a transvasar la disolución. Se repite esta operación hasta que la disolución salga, por el tubo de evacuación, incolora o a lo sumo ligeramente parduzca.

4.2.5 Se destapa la centrífuga y se deja ésta en funcionamiento un par de minutos para facilitar la

evaporación del disolvente. Se saca el vaso de la centrífuga, evitando cualquier pérdida del polvo mineral que ha quedado en su interior, se limpia la superficie exterior con disolvente y se deja en una vitrina para evaporar el disolvente residual. Finalmente se introduce en la estufa, se seca a 110 ± 5 °C, se deja enfriar y se pesa inmediatamente para determinar la masa con la misma precisión que anteriormente ($0,01 \pm 0,005$ g). El incremento en masa del vaso representa la masa del polvo mineral en la disolución.

4.2.6 Si el ensayo se realiza correctamente, todo el polvo mineral debe quedar adherido a las paredes interiores del vaso, pero si se sospecha que no haya sido así, se pasa de nuevo por la centrífuga la disolución extraída, utilizando un nuevo vaso de centrifugación, limpio, seco y de tara conocida, repitiendo todo el proceso anteriormente descrito (Nota 5).

Nota 5. Las causas que pueden ocasionar el arrastre del polvo mineral con la disolución fuera del vaso de la centrífuga son, principalmente: presencia de excesivo polvo mineral (ver 4.2.1), demasiado caudal de disolución y la utilización de vasos de centrifugación defectuosos. Estos vasos se manipularán y limpiarán con todo cuidado, a fin de evitar abolladuras, arañazos o residuos en su superficie interior que provocarían, durante la centrifugación, un régimen turbulento de la disolución con el consiguiente riesgo de expulsión de materia mineral por encima del borde del vaso.

4.2.7 Las partículas minerales retenidas en los tamices se juntan con las del recipiente inicial en el que se disolvió la mezcla. Se introduce el recipiente con todas las partículas minerales en la estufa regulada a 110 ± 5 °C y se seca hasta pesada constante en frío. La masa del árido se determina por diferencia entre esta última pesada y la tara del recipiente.

5 CALCULOS Y RESULTADO

5.1 El contenido de ligante hidrocarbonado en la mezcla bituminosa se calcula con las siguientes expresiones:

a) En porcentaje de ligante sobre mezcla

$$\begin{aligned} \text{Ligante, s/m, \%} &= \\ &= \frac{(A - B) - (C + D + E)}{A - B} \cdot 100 \end{aligned}$$

b) En porcentaje de ligante sobre materia mineral (áridos)

$$\begin{aligned} \text{Ligante, s/a, \%} &= \\ &= \frac{(A - B) - (C + D + E)}{C + D + E} \cdot 100 \end{aligned}$$

en donde:

- A = Masa de la muestra ensayada, g.
 B = Masa de agua en la muestra ensayada, g.
 C = Masa de materia mineral (áridos), g.
 D = Masa de cenizas (si se ha determinado).
 E = Diferencia de masa del papel de filtro o del vaso —según método— antes y después del ensayo.

5.2 El resultado del ensayo se expresará con dos cifras decimales.

6 CONTENIDO DE ALQUITRAN EN MEZCLA

6.1 En las mezclas bituminosas fabricadas con alquitrán como ligante se seguirá, para determinar cuantitativamente su contenido, el procedimiento descrito en el apartado 4.1, con las siguientes modificaciones:

6.1.1 Se emplea como disolvente creosota fluida libre de cristales, dejando la muestra con el disolvente durante 1 h en estufa o placa de calefacción a 116 °C.

6.1.2 Se continúa con el procedimiento referido en los apartados 4.1.1 y 4.1.2, pero realizando solamente dos adiciones de 200 cm³, cada una, de creosota previamente calentada a 116 °C. Después de eliminar la última porción de creosota, se añaden a la muestra en el recipiente, tres porciones sucesivas de 200 cm³, cada una, de tricloroetileno, siguiendo el procedimiento general de extracción descrito, excepto que se evapora la porción alícuota de disolvente en un baño maría hasta que el tricloroetileno se haya eliminado. Se evapora el disolvente restante hasta sequedad en placa de calefacción y se sigue como en 4.1.5.

6.1.3 El contenido de alquitrán se calcula en porcentaje de mezcla o de árido, como se refiere en el artículo 5 de esta norma.

7 PRECISION

7.1 Los valores de precisión para el ensayo son:

	DESVIACION TÍPICA (%)	DIFERENCIA MÁXIMA ACEPTABLE ENTRE DOS RESULTADOS (%)
REPETIBILIDAD	0.18	0.51
REPRODUCIBILIDAD	0.29	0.82

7.2 Estos valores de precisión están basados en los resultados obtenidos por 59 laboratorios, sobre un par de muestras de referencia. Se desestimaron los resultados extremos de tres laboratorios.

7.3 Las muestras de referencia contenían árido que pasaba un 98 % el tamiz ASTM 3/8 in (aprox.: UNE 10 mm).

7.4 Los valores son válidos para los dos métodos de ensayo descritos en esta norma.

8 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM D 2172-88 (parcialmente) «Quantitative Extraction of Bitumen From Bituminous Paving Mixtures».

9 NORMAS PARA CONSULTA

NLT-165 «Análisis granulométrico de los áridos recuperados de las mezclas bituminosas».

NLT-123 «Agua en los materiales bituminosos».

NLT-353 «Recuperación del ligante en mezclas bituminosas para su caracterización».