

Destilación de betunes fluidificados

1 OBJETO, FUNDAMENTO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la realización del ensayo de destilación de los betunes fluidificados, utilizados en construcción de carreteras.

1.2 El ensayo consiste en destilar 200 cm³ de muestra en condiciones determinadas hasta una temperatura de 360 °C, recogiendo y midiendo las cantidades de destilados a temperaturas previamente especificadas. El residuo final de la destilación, así como las fracciones de destilados, se pueden caracterizar posteriormente mediante ensayos apropiados.

1.3 Este método proporciona una información sobre la cantidad de componentes más volátiles de un betún fluidificado, aunque las propiedades del residuo de la destilación no tienen necesariamente que coincidir con las del betún empleado en la fabricación del producto, ni tampoco con el betún residual que pueda quedar después de un determinado tiempo de aplicación del betún fluidificado.

Nota 1. La presencia de silicona en un betún fluidificado puede afectar al residuo de la destilación, a causa de la lenta pérdida de volátiles que sufre este residuo después del ensayo.

2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1 Matraz de destilación. Un matraz de 500 cm³ con tubuladura lateral, con la forma y dimensiones de la figura 1.

2.2 Protector. Un protector circular de acero, forrado interiormente con una plancha de asbesto u otro material aislante de 3 mm de espesor y provisto de ventanas rectangulares cerradas con mica transparente, con la forma y dimensiones que se detallan en la figura 2. Este dispositivo sirve para proteger el matraz de las corrientes de aire y evitar la radiación. La tapa, dividida en dos partes, irá cubierta interiormente de una plancha de asbesto de 6,5 mm de espesor. (Atención el amianto y el asbesto son potencialmente cancerígenos).

2.3 Refrigerante. Un refrigerante de vidrio, con camisa de agua de 200 a 300 mm y longitud total del tubo de condensación de (450 ± 10) mm (figura 3).

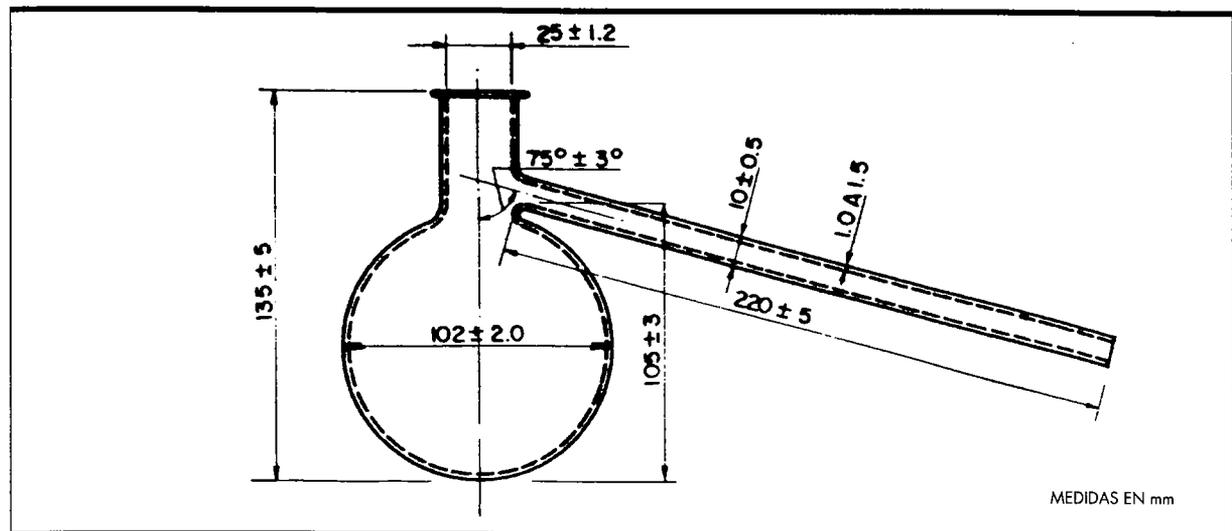


Figura 1.-Matraz de destilación.

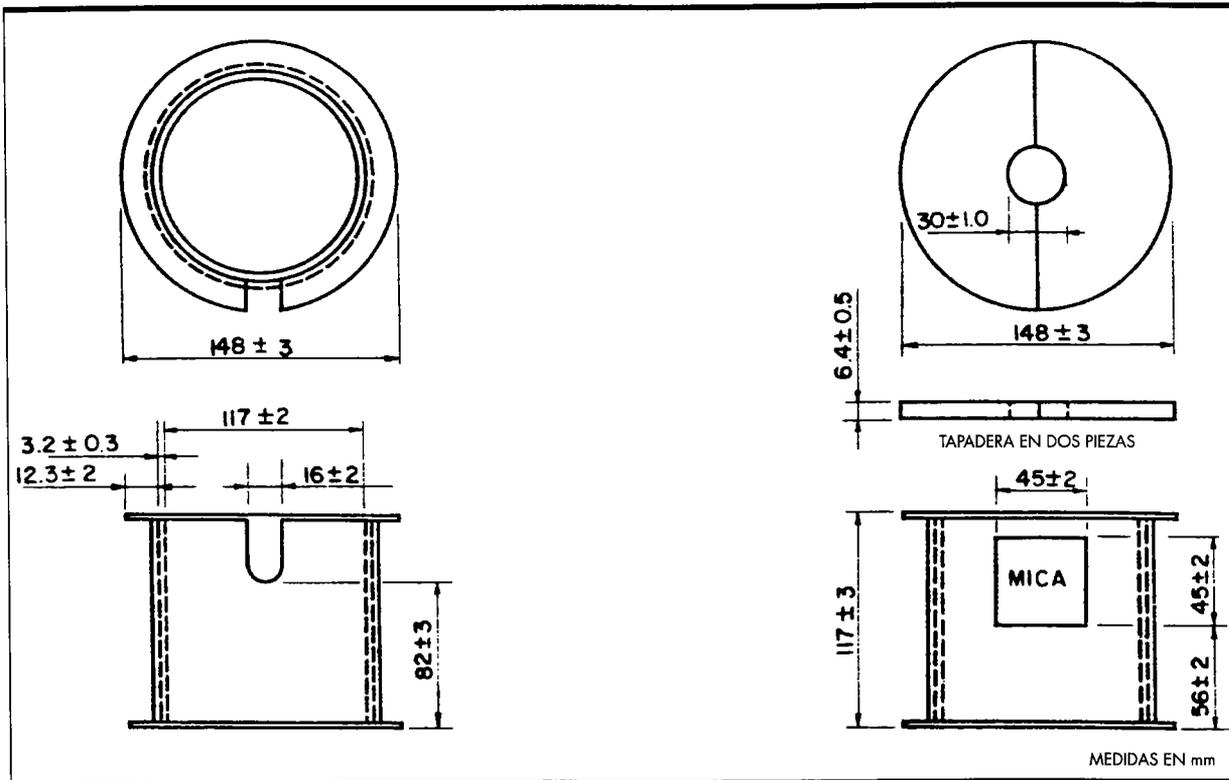


Figura 2.-Protector.

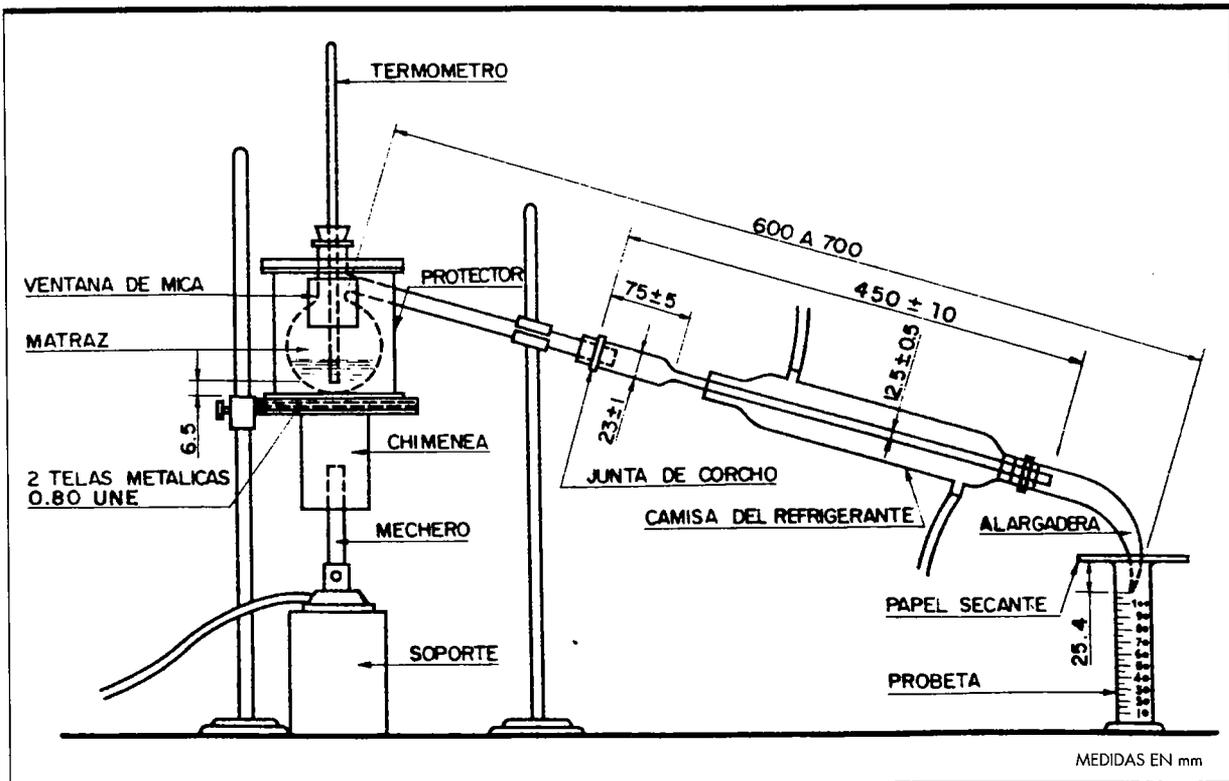


Figura 3.-Esquema del aparato de destilación.

2.4 Alargadera. Está formada por un tubo acodado de paredes gruesas (1 mm), con un ángulo aproximado de 105°C ; su boca superior, reforzada, tendrá un diámetro interior de unos 18 mm y unos 5 mm el diámetro de su boca de salida. La superficie inferior de la alargadera descenderá en una forma suave desde la boca ancha a la de salida, donde terminará verticalmente en un orificio cortado en bisel con arista aguda, formando un ángulo con la vertical de $(45 \pm 5)^{\circ}$.

2.5 Termómetro. Un termómetro para destilación a altas temperaturas, con las siguientes características:

REFERENCIA ASTM	ESCALA $^{\circ}\text{C}$	GRADUACIÓN $^{\circ}\text{C}$	LONG. TOTAL mm	ERROR MAX. $^{\circ}\text{C}$
8 C	-2 a 400	1	386	1

Nota 2. Para las restantes características del termómetro, puede consultarse la Especificación ASTM E 1.

2.6 Colectores. Probetas de vidrio de forma cilíndrica y 100 cm^3 , (ml), de capacidad, figura 3, graduadas en centímetros cúbicos o mililitros, o probetas cilindro cónicas con capacidades de 100, 50 y 25 cm^3 , (ml), con la forma y dimensiones indicadas en la figura 4.

Nota 3. Pueden utilizarse colectores divididos en 0,1 ml para la recogida de cantidades pequeñas de destilado y sea necesaria una elevada exactitud.

2.7 Recipiente para el residuo. Una caja metálica moldeada con tapa que entre a presión, de (75 ± 5) mm de diámetro y (55 ± 5) mm de altura.

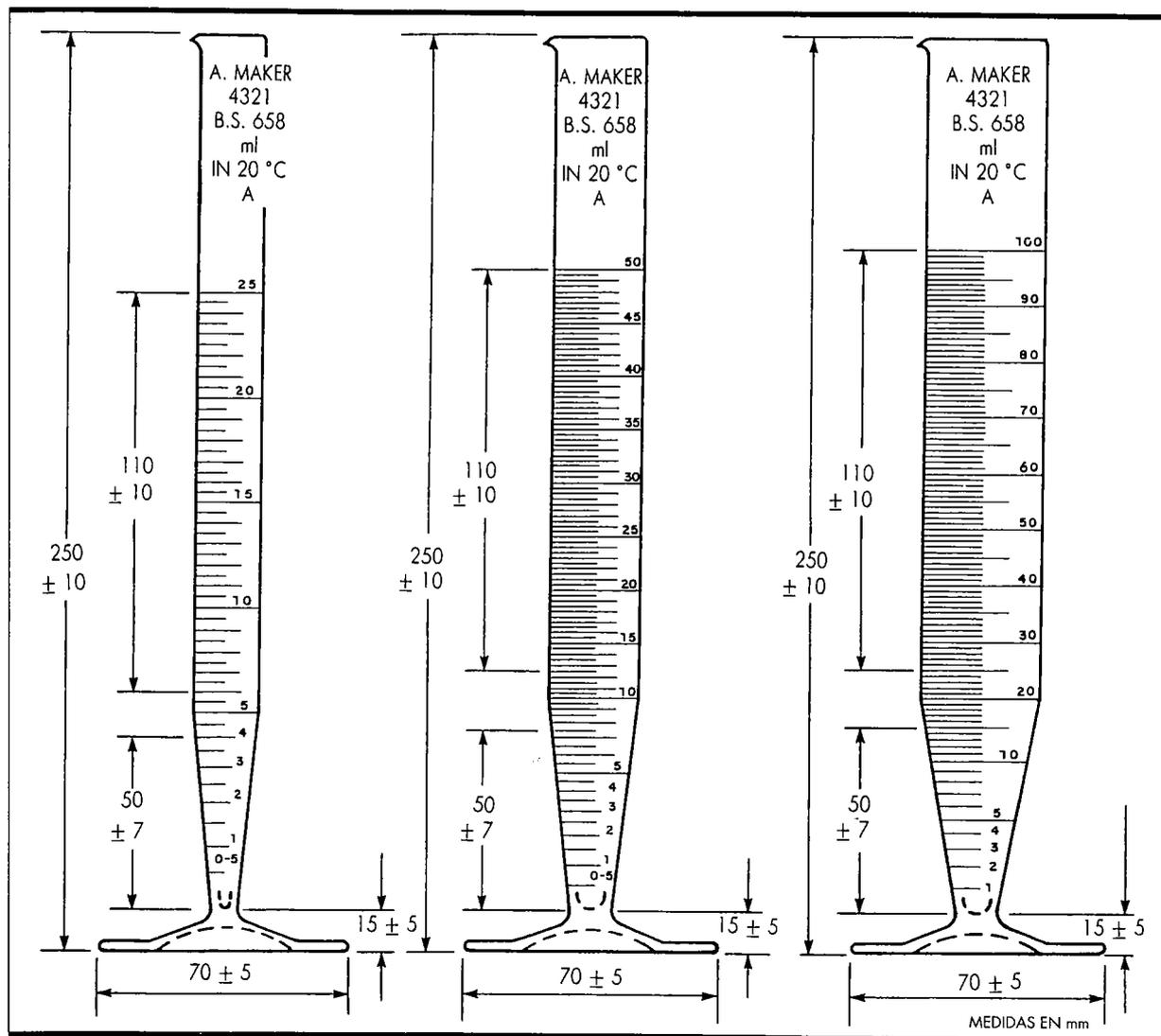


Figura 4.-Colectores.

3 PROCEDIMIENTO

3.1 Preparación de la muestra

3.1.1 La muestra se agita y remueve completamente para homogeneizarla, calentándola ligeramente si fuera preciso, y tomando de aquí la cantidad para ensayo.

3.1.2 Si la muestra contiene la suficiente cantidad de agua para producir espuma o una ebullición violenta durante la destilación, se deberá proceder a una deshidratación previa de la misma. Para ello se toman como mínimo 250 cm³ de la muestra, que se calientan en un matraz de destilación con la suficiente capacidad para evitar que la espuma pueda alcanzar la salida del tubo lateral, hasta que haya cesado la formación de espuma. Si destila algún aceite ligero, se separa y devuelve al matraz, una vez enfriada la muestra. Mezclar ahora completamente el contenido del matraz y tomar de aquí la muestra para ensayo. Puede igualmente seguirse el procedimiento descrito en la NLT-184.

3.2 Montaje del aparato de destilación

3.2.1 Se limpian y secan completamente el matraz, refrigerante, alargadera y colector a emplear.

3.2.2 Se calcula la masa de muestra equivalente a 200 cm³, a partir de su densidad relativa; se pesa esta cantidad en el matraz, con una precisión de 0,5 g.

3.2.3 Se coloca el matraz rodeado del protector sobre un trípode o soporte, intercalando dos telas metálicas cuadradas de 150 mm de lado y malla UNE 800 µm, como se observa en la figura 3. Se conecta el refrigerante al tubo lateral por medio de un corcho que cierre herméticamente y se sujeta entonces firmemente el refrigerante, debiendo quedar el eje del cuello del matraz vertical. Finalmente, se ajusta la alargadera en el extremo del refrigerante con otro corcho de cierre también hermético, debiendo quedar una distancia entre el cuello del matraz y el extremo de la alargadera de (650 ± 50) mm (ver figura 3).

Nota 4. Las conexiones entre el matraz, el refrigerante y el adaptador pueden hacerse mediante bocas esmeriladas, siempre que no se produzcan retenciones de destilado en ningún punto del tubo de condensación.

3.2.4 Se monta el termómetro en el cuello del matraz por medio de un tapón de corcho, de forma que la parte inferior de su bulbo quede a 6,5 mm del fondo del matraz.

Nota 5. Para ajustar esta distancia, se introduce el termómetro hasta que su bulbo toque el fondo del matraz, estimando entonces sobre la varilla la distancia a subir.

3.2.5 Se coloca el mechero, protegiéndolo de las corrientes de aire con una chimenea metálica y, finalmente, el colector apropiado, debiendo introducirse el extremo de la alargadera en el colector no menos de 25 mm, pero sin llegar a alcanzar el nivel de su máxima graduación. El colector se tapará durante la destilación con un papel del filtro adecuado, atravesado por el extremo de la alargadera.

3.2.6 Se abre la llave y se comienza a pasar agua fría por el refrigerante.

3.3 Realización del ensayo

3.3.1 Las temperaturas leídas en el termómetro se deben corregir por efecto de la presión atmosférica que se tenga en ese momento en el lugar del ensayo. En la tabla 1 se indican las correcciones si se conoce la altura del lugar, no haciéndose ninguna corrección si esta altura es inferior a 150 m. Si se conoce la presión atmosférica en el momento del ensayo, es preferible aplicar entonces las correcciones indicadas en la tabla 2, que nos indica los grados a añadir o restar a las temperaturas leídas en el termómetro, según la presión.

3.3.2 Se comienza a aplicar calor, regulándolo para conseguir que la primera gota de destilado tarde en caer, desde el extremo del tubo lateral del matraz, entre 5 y 15 minutos. Los ritmos de destilación, medidos en gotas caídas desde la punta de la alargadera, serán los siguientes:

- hasta 260 °C, de 50 a 70 gotas por minuto.
- entre 260 °C y 316 °C, de 20 a 70 gotas por minuto.
- no más de 10 minutos para completar la destilación desde 316 a 360 °C.

3.3.3 Se deberá hacer pasar agua caliente, si fuera preciso, para evitar la formación de sólidos en el tubo del refrigerante.

3.3.4 Si se produce algo de espuma durante el ensayo, puede reducirse la velocidad de destilación, normalizándola tan pronto como se pueda. Puede igualmente reducirse la tendencia a la formación de espuma aplicando la llama del mechero temporalmente en un borde del matraz, en lugar del centro. Si la formación de espuma persiste e impide el normal desarrollo del ensayo, hay que deshidratar

ELEVACIÓN SOBRE EL NIVEL DEL MAR, m	VALORES CORREGIDOS °C				
-300	192	227	263	318	362
-152	191	226	261	317	361
0	190	225	260	316	360
152	189	224	259	315	359
305	189	224	258	314	358
457	188	223	258	313	357
610	187	222	257	312	356
762	186	221	256	312	355
914	186	220	255	311	354
1067	185	220	254	310	353
1219	184	219	254	309	352
1372	184	218	253	308	351
1524	183	218	252	307	350
1676	182	217	251	306	349
1829	182	216	250	305	349
1981	181	215	250	305	348
2134	180	215	249	304	347
2286	180	214	248	303	346
2438	179	213	248	302	345

TABLA 1. Temperaturas corregidas de fracciones para diferentes altitudes.

TEMPERATURA NOMINAL °C	CORRECCIÓN (*) POR CADA 10 mm DE DIFERENCIA DE PRESIÓN, °C
160	0,51
175	0,53
190	0,55
225	0,59
250	0,62
260	0,63
275	0,65
300	0,68
316	0,70
325	0,71
360	0,75

(*)Restar para presiones barométricas inferiores a 760 mm Hg, o sumar para presiones superiores a 760 mm Hg.

TABLA 2. Factores para el cálculo de las correcciones de temperatura

previamente la muestra, como se indica en el apartado 3.1.2.

3.3.5 Se leen y anotan los volúmenes de destilado recogidos en el colector, con aproximación de 0,5 cm³, (ml), a las temperaturas corregidas que se especifican más adelante. Se anota igualmente el volumen de agua recogida, si lo hubiera. Si el volumen de destilado fuera escaso o crítico, utilizar los colectores divididos en 0,1 cm³, (ml), sumergiéndolos, si fuera preciso, en un baño transparente con agua a (15 ± 3) °C.

Nota 6. Algunos betunes fluidificados o no producen apenas destilados o éstos aparecen en la fracción de 316 °C. En estos casos, al no poderse seguir, evidentemente, los ritmos de destilación indicados en el apartado 3.3.2, basta con mantener durante el en-

sayo una velocidad de elevación de temperatura de unos 5 a 6 °C por minuto.

3.3.6 Cuando se alcance en el termómetro la temperatura corregida de 360 °C, se apaga la llama del mechero y se desmonta el matraz juntamente con el termómetro; con el matraz inclinado en posición de vertido, se saca el termómetro e inmediatamente se vierte su contenido en el recipiente para el residuo, manteniendo en esta operación el tubo lateral del matraz en posición horizontal, para evitar que el condensado pueda incorporarse al residuo. El tiempo total transcurrido desde que se apague la fuente calorífica hasta el comienzo del vertido no será mayor de 15 segundos.

Nota 7. La formación de una película en la superficie del residuo al enfriarse puede atrapar vapor de agua condensado, con el consiguiente aumento de la penetración. Esta película se puede eliminar cuidadosamente mediante una espátula, con un mínimo de perturbación en la muestra.

3.3.7 Después de esperar a que escurran todos los condensados dentro del colector, se lee y anota el volumen total de destilado a la temperatura de 360 °C.

3.3.8 El residuo se deja en reposo en su recipiente en un lugar sin corrientes de aire hasta que haya cesado el desprendimiento de vapores; se agita entonces con una varilla para homogeneizarlo y se vierte seguidamente en los recipientes o moldes adecuados para los ensayos que se prescriban.

4 RESULTADOS

4.1 Cálculo del residuo. Se calcula el porcentaje de residuo como diferencia entre el volumen de muestra y el volumen total de destilado a 360 °C, con aproximación de 0,1 cm³ (ml), mediante la expresión:

$$\% R = \frac{200 - DT}{200} \times 100$$

siendo:

R = Residuo, en % en volumen
DT = Destilado total a 360 °C, en cm³, (ml).

4.1.1 Expresar el residuo de la destilación a 360 °C en tanto por ciento en volumen por diferencia.

4.2 Destilado total. Se calcula el porcentaje total destilado de muestra, con aproximación de 0,1 cm³ (ml), mediante la expresión:

$$\% DT = \frac{DT}{200} \times 100$$

4.2.1 Expresar el destilado total a 360 °C en tanto por ciento en volumen.

4.3. Fracciones de destilado sobre muestra original.

4.3.1 Se determinan los porcentajes en volumen de destilados referidos a muestra original, dividiendo los volúmenes medidos de las distintas fracciones, en centímetros cúbicos o mililitros, por 2.

4.3.2 Expresar los porcentajes acumulados de destilados, con aproximación de 0,1 cm³ (ml), de las siguientes fracciones:

hasta 190 °C
 hasta 225 °C
 hasta 260 °C
 hasta 316 °C

4.4 Fracciones de destilado sobre destilado total.

4.4.1 Se determinan los porcentajes en volumen de destilados sobre el total destilado, dividiendo los volúmenes en centímetros cúbicos o mililitros de cada fracción por el volumen total destilado a 360 °C y multiplicando por 100.

4.4.2 Expresar los porcentajes de destilados, con aproximación de 0,1 cm³ (ml), de las mismas fracciones del apartado 4.3.2.

4.5 En los ensayos posteriores realizados sobre el residuo de destilación se deberá indicar el origen de la muestra, como por ejemplo, «Penetración sobre el residuo de destilación».

5 PRECISIÓN

5.1 Para juzgar la aceptabilidad de los resultados, se seguirán los siguientes criterios (95 % de probabilidad):

5.1.1 Fracciones referidas a muestra original.

5.1.1.1 Repetibilidad. Los ensayos realizados por duplicado por un mismo operador y equipo sobre una misma muestra se considerarán dudosos si difieren en más del 1,0 % en volumen.

5.1.1.2 Reproducibilidad. Los ensayos realizados en distintos laboratorios con diferentes operadores y equipos y sobre una misma muestra se considerarán dudosos si difieren en más de:

- Fracciones de destilado, % en volumen sobre muestra original:

hasta 175 °C	3,5
superior a 175 °C	2,0
- Residuo, % en volumen por diferencia sobre muestra original:

	2,0
--	-----

5.1.2 Fracciones referidas a destilado total. No se han determinado todavía los límites de precisión.

6 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM D 402-94 «Test Method for Distillation of Cut-Back Asphaltic (Bituminous)».

IP 27/73 (1985) «Distillation of Cut-Back Asphaltic (Bituminous) Products» (ST-E-2).

AASHTO T 78-94 «Distillation of Cut-Back Asphaltic (Bituminous) Products».

7 NORMA PARA CONSULTA

NLT-184 «Deshidratación de materiales bituminosos»