

Residuo por destilación de emulsiones bituminosas

1. OBJETO

- 1.1. Esta norma describe 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 g de la emulsión hasta una temperatura de 260 °C. Se determina la proporción del residuo y con este material se pueden 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 aleación de aluminio. — Una retorta cilíndrica, tal como se detalla en la figura 1, de aproximadamente 241 mm de altura y 95 mm de diámetro interior, provista de un mechero anular con orificios en su periferia interior para fijarlo alrededor de la parte exterior de la retorta. Las superficies de contacto entre la retorta y su tapa deben tener un acabado que proporcionen un cierre lo más hermético posible.

Nota. — Pueden aceptarse los resultados obtenidos en las retortas de hierro descritas en el anterior procedimiento de ensayo (NLT-139/63).

- 2.1.2. Tubo de desprendimiento. — Un tubo de desprendimiento de vidrio, de la forma y dimensiones indicadas en la figura 2.
 - 2.1.3. Refrigerante. — Un refrigerante recto, con camisa metálica, de la forma y dimensiones que se indican en la figura 2.
 - 2.1.4. Probeta. — Una probeta graduada de 100 cm³.
 - 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 2.
- 2.2. Termómetros. — Dos termómetros para destilación a baja temperatura de acuerdo con las siguientes características:

Referencia A.S.T.M.	Escala °C	Graduación °C	Longitud total mm	Error máximo °C
7 C	-2 a + 300	1,0	386	0,5

- 2.3. Tamiz. — Un tamiz con malla 0,32 UNE (A.S.T.M., núm. 50), de acuerdo con las prescripciones de las normas UNE 7050 para mallas de tamices.
- 2.4. Balanza capaz de pesar 2500 g con una precisión de $\pm 0,1$ g.

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 pesa, exactamente, $200 \pm 0,1$ g de la emulsión en la retorta, que ha sido previamente tarada. En el tarado se incluyen la retorta, la tapa, la abrazadera, el termómetro y la junta de papel impregnada, si se emplea.
- 3.3. Una junta de papel impregnada en aceite mineral puede emplearse entre la retorta y su tapa, o también puede conseguirse el cierre por un acabado adecuado de las superficies de contacto. La tapa se aprieta firmemente sobre la retorta.
- 3.4. Los termómetros se acoplan en los agujeros más pequeños de la tapa por medio de corchos, de manera que la parte inferior del bulbo de uno de ellos quede a una distancia de 6,5 mm del fondo de la retorta y el bulbo del otro esté, aproximadamente, a una distancia de 165 mm del fondo de la retorta.
- 3.5. Se coloca el mechero anular alrededor de la retorta, aproximadamente a 152 mm de su fondo. Encender este mechero y ajustarlo de manera que se obtenga una llama pequeña. También se calienta el tubo de desprendimiento por medio de un mechero Bunsen, provisto de mariposa, para evitar que el agua se condense en él.
- 3.6. Cuando pueda leerse la temperatura en el termómetro más bajo, aproximadamente a 215 °C, se baja el mechero anular hasta una posición a nivel del fondo de la retorta. Se eleva la temperatura hasta 260 °C y se mantiene ésta durante 15 minutos. La destilación se llevará a cabo en un tiempo de 60 ± 15 minutos desde el comienzo de la aplicación de calor.

Nota. — La situación del mechero al comenzar el ensayo puede variarse según el desarrollo del mismo. Puede elevarse para disminuir el riesgo de formación de espuma o bajarse hasta la parte media de la retorta, cuando se ensayen emulsiones que no contengan disolventes. Un cambio súbito en la lectura del termómetro superior indica que hay espuma a la altura de su bulbo, debiendo en este caso parar el calentamiento hasta que cese la formación de espuma.

- 3.7. Inmediatamente después de terminado el período de calentamiento, se pesa la retorta y accesorios tal como se describe en el párrafo 3.2 y se anota el volumen de aceite destilado con aproximación de 0,5 cm³, conservándolo si se necesitase su identificación.

Nota.— La retorta de aleación de aluminio pesa, debido al empuje del aire a esta temperatura, 1,5 g menos que a temperatura ambiente. Para corregir este error se añaden 1,5 g al peso obtenido al final del ensayo, antes de calcular el porcentaje de residuo por destilación.

- 3.8. Se quita la tapa de la retorta, se agita el residuo e inmediatamente se pasa éste a través del tamiz 0,32 UNE, a los moldes y recipientes adecuados para realizar los ensayos necesarios, dejando enfriar el residuo en éstos, sin cubrirlos, a la temperatura ambiente.

4. RESULTADOS

- 4.1. Cálculos y expresión de los resultados.
- 4.1.1. Se calcula el porcentaje de residuo por destilación, así como el de aceite destilado, referidos al total de la emulsión.
- 4.1.2. Los resultados se expresarán con aproximación del 1 por 100.
- 4.2. Precisión.
- 4.2.1. El criterio siguiente se puede seguir para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95 por 100 de probabilidad).
- 4.2.2. Los resultados obtenidos por duplicado por el mismo operador se considerarán satisfactorios si no difieren en más de la siguiente cantidad:

Residuo por destilación % en peso	Repetición % en peso
De 50 a 70	1,0

- 4.2.3. Los resultados obtenidos por dos laboratorios se considerarán satisfactorios si no difieren en más de la siguiente cantidad:

Residuo por destilación % en peso	Reproducción % en peso
de 50 a 70	2,0

5. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

A.S.T.M. D 244-69.
UNE 7128.

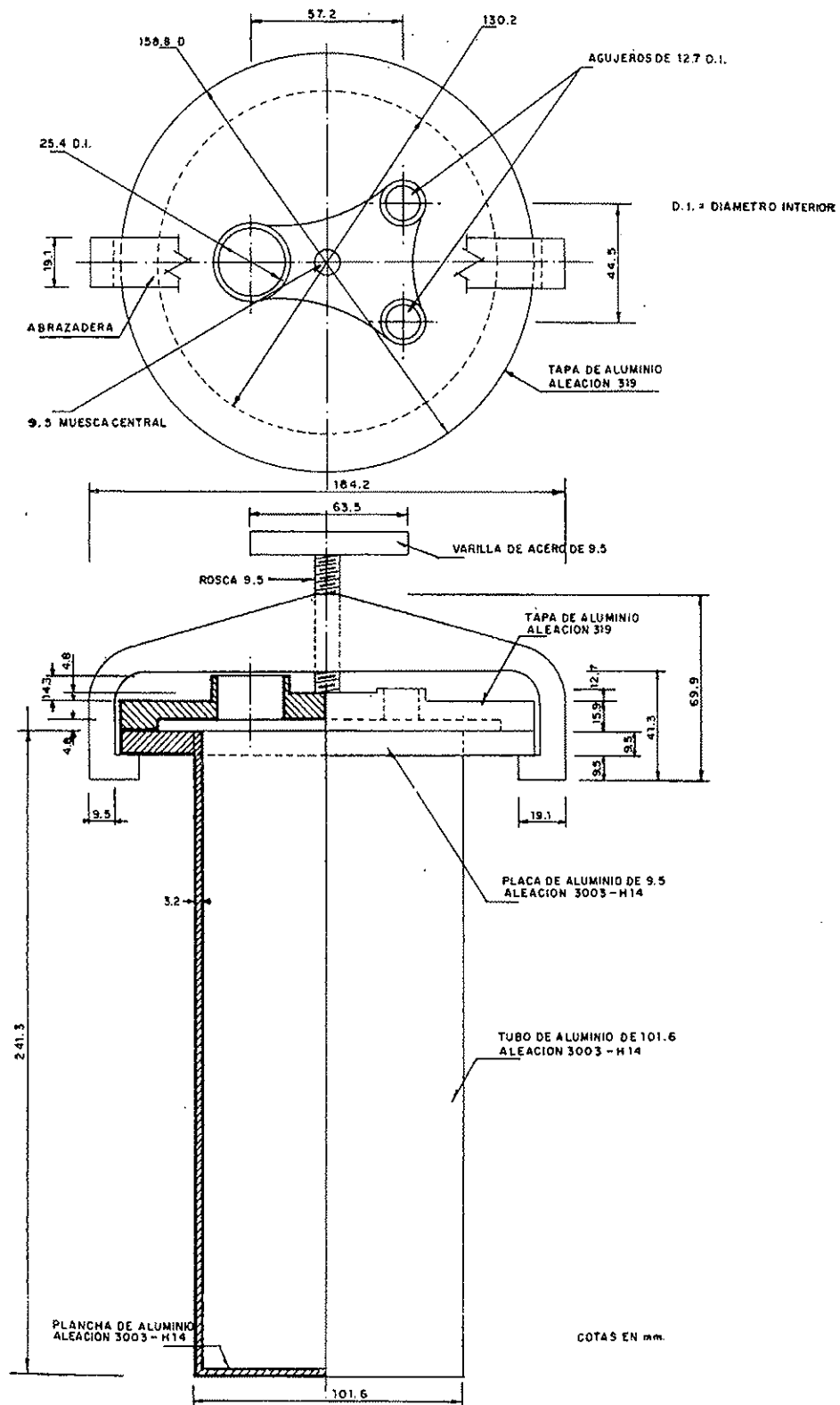


Fig. 1.—Retorta de aleación de aluminio.

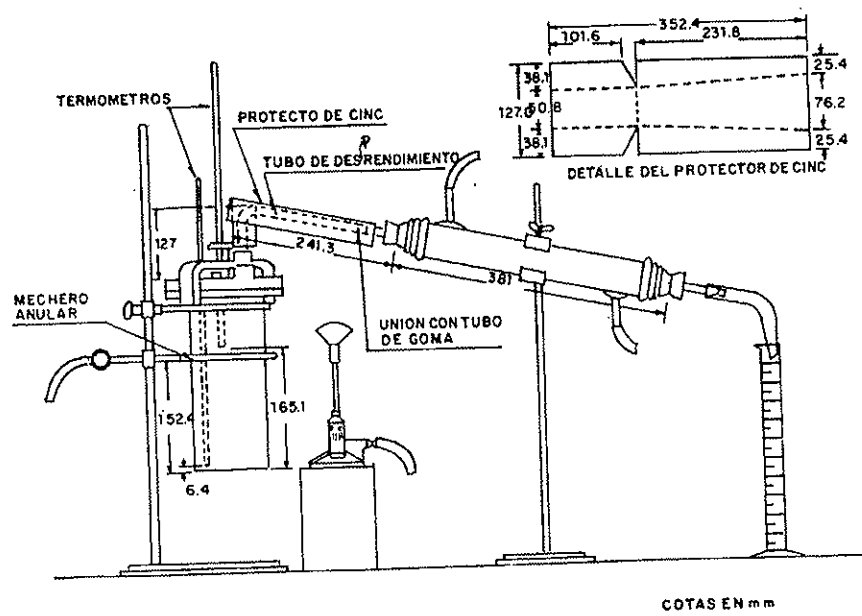


Fig. 2.—Aparato para el ensayo de destilación de emulsiones bituminosas.