

Agua en los materiales bituminosos

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

1.1 Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la determinación del contenido de agua en los materiales bituminosos en general, como crudos de petróleo, alquitranes y productos derivados de ambos materiales, utilizados en construcción de carreteras.

1.2 En el caso de las emulsiones bituminosas, debe seguirse el procedimiento descrito en la NLT-137.

1.3 El método se basa en la destilación a reflujo de una muestra del material bituminoso, juntamente con un disolvente volátil no miscible con el agua, el cual, al evaporarse, facilita el arrastre del agua presente, separándose de ella al condensarse.

2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1 **Aparato de destilación.** Está formado por una retorta metálica o matraz de vidrio, calentado por un medio apropiado, y un refrigerante de reflujo que descarga los líquidos condensados en un colector graduado, en el que se recoge y mide el agua, devolviéndose el exceso de disolvente al matraz. El tipo de aparato empleado no es un rasgo esencial

del método, aunque sí deben cuidarse las uniones entre sus distintas partes para producir un ajuste sin fugas. Si bien estas uniones pueden ser del tipo convencional, son preferibles las de vidrio esmerilado o las juntas tóricas para uniones vidrio-metal. En las figuras 1 y 3 se describen montajes típicos con matraz y retorta metálica.

2.2 **Matraz de vidrio.** Estos matraces, figura 1, serán de cuello corto y fondo redondo, de vidrio resistente al calor, y con capacidades de 500, 1.000 y 2.000 cm³, según la cantidad de muestra necesaria.

2.3 **Retorta metálica.** La retorta tendrá forma cilíndrica, figura 3, y estará provista de una pestaña en su borde superior, a la que se sujeta la tapa por medio de una abrazadera, haciendo un cierre completamente hermético. Esta tapa será del mismo material que la retorta y estará provista de un orificio de unos 25 mm de diámetro interior. Se dispondrá de retortas de las mismas capacidades recomendadas antes para el matraz.

2.4 **Sistema de calefacción.** Con el matraz de vidrio se puede utilizar un mechero normal de gas o un calentador eléctrico. Con la retorta metálica se emplearán mecheros anulares de gas, con agujeros de salida en su parte interior y de las dimensiones

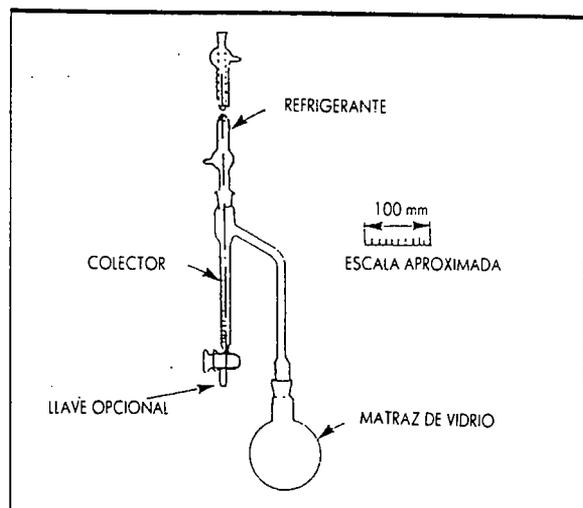


FIGURA 1. Montaje con matraz de vidrio (Dean-Stark).

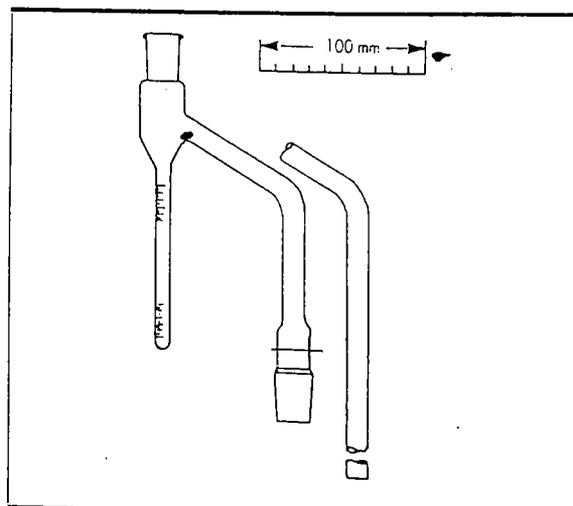


FIGURA 2. Colectores juntas esmerilada y convencional.

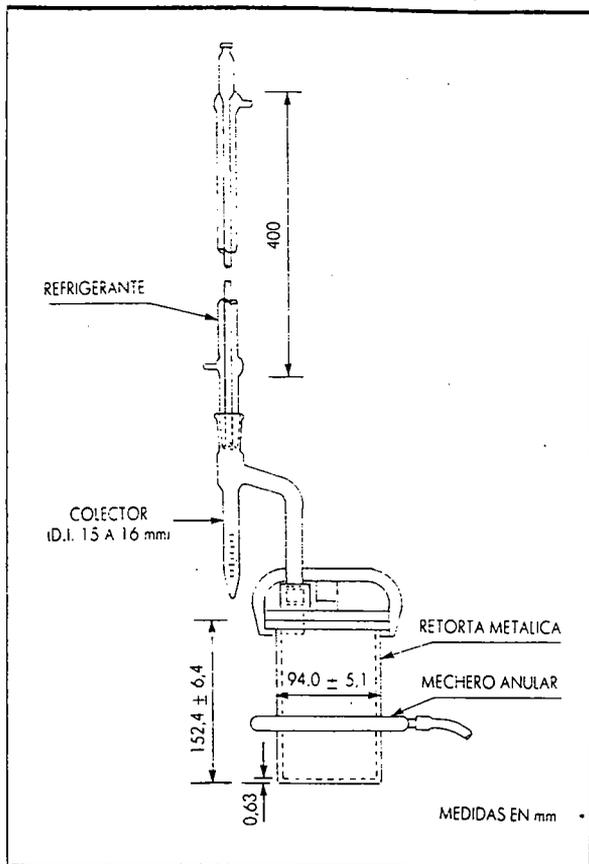


FIGURA 3. Montaje con retorta metálica.

apropiadas al tamaño de la retorta utilizada. Estos mecheros podrán deslizarse verticalmente a lo largo de la retorta, para prevenir la formación de espuma o tendencia a la solidificación que pueden presentar ciertos materiales.

2.5 Refrigerante. Para la condensación de los destilados se utilizará un refrigerante de vidrio del tipo recto y enfriado por agua, con un diámetro interior del tubo de condensación entre 9,5 y 12,5 mm y con camisa de refrigeración de 400 mm de longitud como mínimo. En las figuras 1 y 3 se indica su forma de montaje en el aparato.

2.6 Colector. Los colectores para recoger y medir el agua serán de vidrio y su tamaño se elegirá en función de la cantidad de agua que tenga la muestra. En general, se deberá disponer de colectores de 2 cm³ y graduados en 0,05 cm³, y de 10 y 25 cm³ y graduados en 0,1 cm³. La figura 2 muestra una forma y tamaño apropiados para estos aparatos.

3 DISOLVENTES

3.1 Disolventes aromáticos. Se pueden utilizar los siguientes:

3.1.1 Xileno industrial.

3.1.2 Mezcla en volumen de un 20 % de tolueno industrial y un 80 % de xileno industrial (Nota 1).

3.1.3 Nafta de petróleo o alquitrán de hulla, libres de agua y destilando como máximo un 5 % a 125 °C y un mínimo del 20 % a 160 °C (Nota 1); su densidad relativa a 15,6/15,6 °C será mayor de 0,8545 (Nota 1).

3.2 Destilados de petróleo, con un 5 % destilando entre 90 y 100 °C y un 90 % antes de los 210 °C.

3.3 Destilados ligeros.

3.3.1 Destilado de petróleo, con intervalo de destilación entre 100 y 120 °C.

3.3.2 Isooctano, de 95 % de pureza (Nota 1).

Nota 1. Este producto es inflamable y sus vapores son de inhalación peligrosa.

4 PROCEDIMIENTO

4.1 Preparación de la muestra

4.1.1 La muestra para ensayo deberá ser representativa de la muestra de material existente en el laboratorio, de acuerdo con la norma NLT-121.

4.1.2 Si el material es de consistencia líquida o viscosa, se mezclará completamente para homogeneizarlo, calentándolo si fuera preciso, hasta fluidificarlo.

4.1.3 Si el material es sólido y suficientemente quebradizo, se machaca en fragmentos de tamaño adecuado y se toma una muestra representativa para ensayo.

4.1.4 Cuando existan dudas sobre la uniformidad de la muestra disponible, se ensayarán varias de ellas y se tomará el valor medio de los resultados.

4.1.5 El tamaño de la muestra estará de acuerdo con la cantidad de agua que contenga, eligiendo al mismo tiempo el colector para que el agua recogida no exceda su capacidad, a menos que se utilicen colectores con llaves inferiores de salida.

4.2 Calibración

4.2.1 Un aparato y montaje se considerarán satisfactorios cuando los resultados obtenidos, añadiendo

CAPACIDAD DEL COLECTOR A 20 °C (cm ³)	VOLUMEN DE AGUA AÑADIDA A 20 °C (cm ³)	LÍMITES PERMITIDOS PARA EL AGUA RECUPERADA A 20 °C (cm ³)
2	1	1 ± 0.05
10	1	1 ± 0.1
10	5	5 ± 0.2
25	12	12 ± 0.2

TABLA 1. Límites permitidos.

do con una buereta o pipeta cantidades conocidas de agua a un material bituminoso exento de ella, estén dentro de los límites permitidos por la tabla 1, realizándose en el ensayo según el apartado 4.3.

4.2.2 Si los resultados obtenidos exceden los límites anteriores, ello puede ser debido bien a pérdida de vapores por deficiente montaje, a una ebullición demasiado rápida, a una incorrecta calibración de los colectores o incluso a condensaciones de humedad en el interior del aparato. Una vez corregido y eliminado el mal funcionamiento, se debe repetir la calibración.

4.3 Realización del ensayo

4.3.1 Tomar la cantidad adecuada de muestra con una aproximación de $\pm 1\%$ e introducirla en la retorta o matraz (ver apartado 4.1.5).

4.3.2 Los materiales líquidos se medirán en una probeta graduada de capacidad adecuada, la cual se enjuaga a continuación con una porción de 50 cm³ de disolvente, seguida de dos porciones de 25 cm³ cada una de un disolvente adecuado para el material, según la tabla 2; las tres porciones de lavado se añaden directamente al matraz o retorta con la muestra, dejando escurrir bien la probeta.

MATERIALES	DISOLVENTES ADECUADOS
Betunes asfálticos, alquitranes, gas de agua, alquitranes para carreteras, betunes fluidificados, emulsiones bituminosas	Aromáticos
Crudos de petróleo, fuel-oil, aceites lubricantes, sulfonatos de petróleo	Destilados de petróleo
Grasas lubricantes	Destilados ligeros

TABLA 2.

4.3.3 Los materiales sólidos o viscosos se pesan directamente en la retorta o matraz, añadiendo a continuación 100 cm³ del disolvente adecuado, según la tabla 2.

4.3.4 En el caso de materiales con un contenido bajo de agua puede ser necesario emplear una cantidad mayor de muestra y disolvente.

4.3.5 Pueden emplearse bolas de vidrio u otro material adecuado para favorecer la ebullición.

4.3.6 El aparato se monta como se indica en las figuras 1 ó 3, eligiendo el colector de acuerdo con el contenido de agua esperado y asegurando un cierre completamente estanco en todas las conexiones. Si se emplea la retorta metálica, se coloca entre el reborde de la misma y la tapa un aro de papel de juntas grueso, humedecido con disolvente. El refrigerante y el colector deberán estar químicamente limpios y secos para asegurar un perfecto escurrimiento del agua por sus paredes. Se coloca también un tapón de algodón sin apelmazar en el extremo superior del tubo del refrigerante, para evitar la condensación de humedad atmosférica en su interior. Finalmente se hace circular el agua fría a través de la camisa de refrigeración.

4.3.7 Se comienza aplicando calor al matraz, ajustándolo hasta conseguir una velocidad de destilación de 2 a 5 gotas por segundo, cayendo desde el extremo inferior del tubo del refrigerante. Si se utiliza la retorta metálica, se comienza colocando el mechero anular a unos 75 mm por encima de su fondo, bajándolo gradualmente al ir progresando la destilación.

4.3.8 La destilación se continúa hasta que no se observe resto alguno de agua en ninguna parte del aparato, salvo en el colector, y el volumen de agua se haya mantenido constante durante 5 minutos. Si se observara un anillo persistente de agua condensada en la parte inferior del tubo del refrigerante, puede aumentarse con cuidado la velocidad de destilación o disminuir durante algunos minutos el caudal del agua de refrigeración.

4.3.9 Una vez finalizada la destilación se corta la fuente de calor y se espera hasta que el colector y su contenido se hayan enfriado a temperatura ambiente. Se desmonta el aparato y con una varilla fina de vidrio u otro medio adecuado, se arrastran las gotas de agua que puedan haber quedado adheridas a las paredes del colector, uniéndolas a la masa de agua.

4.3.10 Se lee y anota el volumen de agua recogida en el colector con la aproximación que tenga su escala.

5 RESULTADOS

5.1 Cálculo y expresión de los resultados

5.1.1 Se calcula el contenido de agua de la muestra como porcentaje en masa o volumen, por la expresión:

$$\text{Contenido de agua, \%} = \frac{\text{volumen de agua en el colector}}{\text{masa (o volumen) de muestra}} \times 100$$

Nota 2. Si la muestra contiene materiales volátiles solubles en agua, se incluirán como agua.

5.1.2 El resultado se expresará como contenido de agua según esta norma, con una aproximación del 0,05 % si se ha utilizado el colector de 2 cm³, y con una aproximación del 0,1 % si se han utilizado los colectores de 10 o de 25 cm.

6 PRECISION

6.1 Para juzgar la aceptabilidad de los resultados se seguirán los siguientes criterios con los colectores de 10 y 25 cm³ (no se ha establecido la precisión para el colector de 2 cm³).

6.1.1 **Repetibilidad.** Los ensayos realizados por duplicado por un mismo operador y equipo y sobre una misma muestra, se considerarán sospechosos si difieren en más de las siguientes cantidades:

AGUA RECOGIDA EN EL COLECTOR (cm ³)	
0 a 1,0	0,1 cm ³
1,1 a 25	0,1 cm ³ ó 2 % de la media; lo que sea mayor

6.1.2 **Reproducibilidad.** Los ensayos realizados por distintos operadores y laboratorios sobre una misma muestra, se considerarán sospechosos si difieren en más de las siguientes cantidades:

AGUA RECOGIDA EN EL COLECTOR (cm ³)	
0 a 1,0	0,2 cm ³
1,1 a 25	0,2 cm ³ ó 10 % de la media; lo que sea mayor

7 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM D 95-70 (1980) «Test Method for Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation».

IP 74/77 «Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation (PM-B-3)».

UNE 7-004 «Determinación del agua en los materiales bituminosos».

8 NORMAS PARA CONSULTA

NLT-121 «Toma de muestras de los materiales bituminosos».

NLT-137 «Agua en las emulsiones bituminosas».