

Contenido de asfaltenos, precipitados con heptano normal, 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 asfaltenos, definidos como los componentes de los materiales bituminosos insolubles en heptano normal.

1.2 El método tiene aplicación a los ligantes hidrocarbonados sólidos y semisólidos empleados en construcción de carreteras.

1.3 En el método, la muestra se trata con n-heptano a reflujo, y se separa, por filtración, la porción no soluble de la misma.

2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

2.1 Aparato de extracción con juntas esmeriladas, constituido por:

2.1.1 Matraz Erlenmeyer de 250 ml.

2.1.2 Condensador a reflujo de 400 mm. espiral o bolas.

2.2 Placa calefactora con agitador magnético y regulación de voltaje.

2.3 Equipo para filtración a vacío compuesto de un embudo de 300 ml, de vidrio, esmerilado en la superficie de contacto; unas pinzas de muelle; una base de vidrio, esmerilado en la superficie de contacto, con rejilla soporte de acero inoxidable y un tapón para acoplar el equipo al matraz kitasato descrito en 2.4.

2.4 Matraz kitasato de 500 ml para filtración a vacío.

2.5 Balanza analítica de 200 g de capacidad y precisión $\pm 0,1$ mg (0,0001 g).

2.6 Estufa de dimensiones adecuadas, capaz de mantener una temperatura de 110 ± 5 °C.

2.7 Material general de laboratorio, desecador, frasco lavador, pinzas, vidrio de reloj, etc.

2.8 Membranas filtrantes de 8 μ m de poro y 47 mm de \varnothing (Nota 1).

Nota 1. Un tipo de membrana que se ha encontrado adecuado para la realización de la filtración que se describe en esta norma es la MF-Millipore de 47 mm de diámetro y 8,0 μ m de tamaño medio de poro, referenciado SCWP 04700, fabricada con una mezcla de ésteres de celulosa. El montaje de la membrana se realiza en equipos especiales que pueden ser facilitados por la casa suministradora de las membranas.

2.9 Disolvente: n-heptano, riqueza 98 % y densidad 0,681 – 0,686 a 20/4 (purísimo).

3 PROCEDIMIENTO

3.1 Se determina por pesada la masa de Erlenmeyer limpio y seco con precisión de 0,1 mg (0,0001 g).

3.2 Dentro del Erlenmeyer se pesan, con precisión de 0,1 mg, la cantidad de muestra que, según su naturaleza, será para:

- Betunes de penetración: 0,7 a 0,8 g.
- Betunes oxidados: 0,5 a 0,6 g.

3.3 Se añade n-heptano en la proporción de 100 g del disolvente por gramo de muestra, utilizando, proporcionalmente, más o menos disolvente de acuerdo con la cantidad de muestra empleada.

3.4 Se calienta suavemente el fondo del Erlenmeyer y se gira para que la muestra se distribuya sobre el fondo del matraz. Se introduce en el matraz el agitador magnético.

3.5 Se coloca el matraz Erlenmeyer, que contiene la muestra, el disolvente y el agitador, sobre la placa calefactora y de agitación magnética. A continuación, se sitúa el conjunto y se conecta a la parte inferior de la columna de reflujo, montando con seguridad todo el sistema.

3.6 Se pone en marcha la placa calefactora y agitadora ajustándola para que el reflujo sea suave. La operación de reflujo se mantiene durante 60 minutos.

3.7 Una vez terminado el período de reflujo se retira el matraz Erlenmeyer y se deja enfriar, en repo-

so, a temperatura ambiente y en la oscuridad durante unos 90 minutos.

3.8 Se determina la masa con precisión de 0,1 mg, de la membrana filtrante que se vaya a utilizar mantenida previamente en un desecador el tiempo necesario para asegurar la ausencia de humedad en la misma. Para facilitar la manipulación de la membrana en la operación de pesada, se puede utilizar un vidrio de reloj para su soporte.

3.9 Se coloca la membrana seca y pesada, con su cara superior hacia arriba tal como se presenta al sacarla del envase, en situación en el equipo para filtración y éste sobre el matraz kitasato que a su vez se conecta a un equipo de vacío (Figura 1).

3.10 Se transfiere el contenido, excepto el agitador magnético, del matraz Erlenmeyer al equipo de filtración, evitando pérdidas de la solución por salpicaduras. Se procede a la filtración con ayuda de un vacío moderado (Nota 2).

Nota 2. La filtración se realiza más rápidamente si se transfiere y filtra primero la disolución y después la porción de insolubles.

3.11 Con la ayuda de una varilla de vidrio, «poli-cía», se transfieren al filtro las partículas de insolubles del precipitado final.

3.12 Se lavan el matraz y el precipitado retenido en la membrana filtrante con tres porciones de unos 20 ml de n-heptano.

3.13 Se retira la membrana filtrante con el residuo insoluble y se coloca sobre el mismo vidrio de reloj utilizado anteriormente y, juntamente con el matraz Erlenmeyer, se introducen en la estufa regulada a 110 ± 5 °C, durante 30 minutos.

3.14 Una vez secos la membrana y el matraz Erlenmeyer, se retiran de la estufa, se dejan enfriar en un desecador y se pesan, por separado, con aproximación de 0,1 mg.

4 CALCULOS Y RESULTADOS

4.1 Se calcula la masa en porcentaje de material insoluble en n-heptano, con respecto a la masa de la muestra original, con la siguiente expresión:

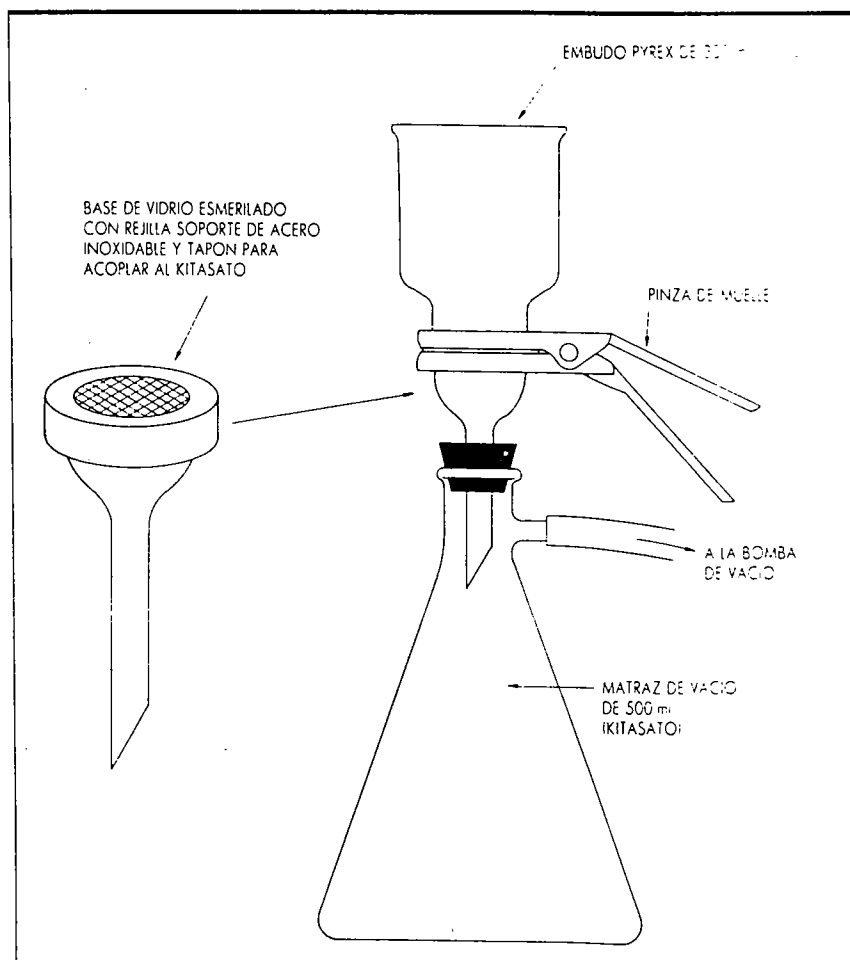


FIGURA 1. Aparato de filtración.

$$\text{Insolubles, asfaltenos, \%} = \frac{A}{B} \times 100$$

en donde:

A = masa total de insolubles, en 0,1 mg.

B = masa total de la muestra, en 0,1 mg.

La masa total de insolubles, A, es la suma de los residuos determinados en el matraz Erlenmeyer y en la membrana filtrante.

4.2 El resultado se expresará con aproximación del 0,1 %.

5 PRECISION

5.1 El cálculo de la precisión del método está basado en los resultados obtenidos por el Centro de Estudios de Carreteras (CEDEX) con ensayos realizados siguiendo el método descrito en la norma. Los datos se obtuvieron del análisis de 50 pares de re-

sultados de ensayos realizados con 5 diferentes ligantes hidrocarbonados (betunes de penetración) con contenidos de asfaltenos comprendidos entre el 11 y el 22 %.

Repetibilidad:

	<i>n</i> -heptano ins. (%)
Desviación típica	0,40
Diferencia aceptable entre dos resultados	1,15

Reproducibilidad: Aún no se han establecido valores de precisión del método para su reproductibilidad.

6 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM D 3279-88. «Test Method for n-Heptane Insolubles».

UNE 104-281-86 (1-9) (parcialmente). «Materiales bituminosos. Solubilidad en disolventes orgánicos».