

Contenido de ligante de mezclas bituminosas

1. OBJETO

- 1.1. Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la determinación cuantitativa del contenido de ligante en las mezclas bituminosas.
- 1.2. El ensayo consiste en el tratamiento en frío de la mezcla con un disolvente del ligante, separando mediante el empleo de un aparato de extracción la solución de los áridos. El contenido de ligante se calcula por diferencia entre la masa inicial de mezcla y la masa final de los áridos, aplicando las correcciones adecuadas por humedad y cenizas. En los áridos recuperados puede realizarse el análisis granulométrico, siguiendo el procedimiento descrito en la norma NLT-165/76.
- 1.3. En las mezclas que lleven como ligante betún asfáltico, aunque por definición se llama betún el material soluble en sulfuro de carbono, se recomienda por razones de seguridad el empleo de otros disolventes, como el benceno, tricloroetileno ó 1.1.1.- tricloroetano. En las mezclas que utilicen alquitrán, se seguirá el método operatorio explicado en el Apartado 6 al final de esta norma.
- 1.4. Esta norma no es adecuada para la determinación del material volátil que pueda existir en la mezcla, ni tampoco cuando se pretenda recuperar el ligante para identificar sus características.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Estufa.— De dimensiones adecuadas y capaz de regular su temperatura hasta unos 125°C aproximadamente.
- 2.2. Bandejas.— Planas, de unos 30 cm de largo, 20 cm de anchura y 2,5 cm de profundidad.
- 2.3. Balanza.— De 5000 g de capacidad y una exactitud de 0,2 g.
- 2.4. Balanza analítica.
- 2.5. Probetas graduadas, de 1000 y 2000 cm³ de capacidad.
- 2.6. Cápsulas de porcelana, de 125 cm³ de capacidad.
- 2.7. Desecadores.
- 2.8. Baño maría.
- 2.9. Aparato de extracción del tipo cubeta.— Consiste en un recipiente de aluminio con la forma y dimensiones de la Fig. 1, el cual debe poder girar a velocidades crecientes hasta un máximo de unos 366 rad/s (3500 rpm). El aparato llevará una carcasa cerrada exterior para la recogida del disolvente

y un tubo de salida para su eliminación. El funcionamiento podrá ser manual o eléctrico, debiendo en este caso ser el motor del tipo a prueba contra explosiones.

Para colocarlos entre el recipiente y su tapa, se dispondrá de papeles de filtro en forma de anillo, de dimensiones y porosidad adecuadas.

Es conveniente montar el conjunto bajo una campana o vitrina con ventilación forzada, para la rápida eliminación de los vapores de los disolventes.

- 2.10. Extractor centrífugo SMM.— Este aparato (nota 1), cuyo esquema simplificado se incluye en la Fig. 2, consta esencialmente de un embudo soporte de las dimensiones apropiadas, en el que se alojan uno o varios tamices, el inferior de los cuales debe ser siempre un tamiz 0,080UNE (ASTM Núm. 200). En la parte inferior de este embudo, una llave de paso permite regular el caudal de la disolución juntamente con el filler, sobre un vaso de centrífuga, Fig. 3, construido generalmente de aluminio y capaz de girar a una velocidad angular de 995 rad/s (9500 rpm). Cubriendo el vaso de centrífuga una tapa o carcasa de forma anular permite la recogida y salida de la disolución. El aparato suele ir provisto de una tubería flexible para expulsión de vapores, si bien es igualmente recomendable trabajar bajo campana con buena aspiración.

Nota 1.— Este modelo de aparato, denominado "Centrífuga de Extracción SMM", sistema Rodel y Derungs, está fabricado por la casa "Spindel-, Motoren - u. Maschinenfabrik A. - G", en Uster, Suiza.

- 2.11. Carbonato amónico.— Una solución saturada de carbonato amónico $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, químicamente puro.
- 2.12. Benceno.— Químicamente puro, (nota 2).
- 2.13. Tricloroetano 1.1.1.— Químicamente puro, (nota 2).
- 2.14. Tricloroetileno.— Químicamente puro, (nota 2).

Nota 2.— Debido a su toxicidad, estos disolventes deberán ser utilizados siempre en zonas provistas de una buena ventilación. Como norma general para su empleo, las concentraciones máximas aceptables son:

| | Concentración máxima para una exposición de 8 horas, ppm |
|-----------------------|---|
| Benceno | 25 |
| Tricloroetileno | 200 |
| 1.1.1.— tricloroetano | 500 |

3. PREPARACION DE LA MUESTRA

- 3.1. Si la muestra no está lo suficientemente blanda para ser disgregada con la espátula, se calienta sobre una bandeja en la estufa a una temperatura que no exceda de unos 115°C y durante el tiempo mínimo para que pueda ser manipulada con facilidad. Esta disgregación se realizará manualmente y con el suficiente cuidado para evitar la rotura de las partículas minerales, hasta obtener muestras para ensayo que sean lo más representativas posibles del total de la mezcla.

Las cantidades de muestras representativas utilizadas para el ensayo de

extracción se determinarán de acuerdo con el tamaño máximo del árido y según la tabla siguiente:

| <u>Tamaño máximo nominal, mm</u> | <u>Masa mínima de muestra, kg</u> |
|----------------------------------|-----------------------------------|
| 5 | 0,5 |
| 10 | 1 |
| 12 | 1,5 |
| 19 | 2 |
| 25 | 3 |
| 37 | 4 |

3.2. Determinación de agua.— Del material a ensayar, se tomarán 500 g para determinación del contenido de agua, siguiendo el método NLT-123/72 y empleando la retorta metálica.

4. PROCEDIMIENTO

4.1. Método empleando el aparato de extracción tipo cubeta.

- 4.1.1. Se pesa en el interior de la cubeta una cantidad de muestra que no exceda de 1500 g (nota 3), se añade el disolvente hasta cubrirla y se deja en reposo como máximo 1 hora para que se vaya desintegrando el material. Se monta entonces la cubeta con su contenido en el aparato de extracción, se cubre con un anillo de papel de filtro seco y tarado y se coloca y aprieta la tapa. Finalmente, se pone un vaso en el tubo de salida para la recogida de la disolución.
- 4.1.2. Se comienza la centrifugación, primero lentamente y luego aumentando poco a poco el número de revoluciones hasta llegar a una velocidad angular máxima de 366 rad/s (3500 rpm), o hasta que deje de salir disolución. Se deja parar la centrífuga y se añaden 200 cm³ de disolvente limpio, realizando de nuevo la centrifugación y repitiendo este proceso como mínimo 3 veces, hasta que finalmente salga el disolvente limpio o con un ligero color pajizo. Se recogen todas las disoluciones extraídas.
- 4.1.3. Se desmonta la tapa y se quita el papel de filtro, que se dejará secar primero al aire, quitándole a continuación la mayor parte de la materia mineral adherida, que se añadirá a la de la cubeta, secándolo luego en la estufa a 100 – 105 °C hasta pesada constante. Durante el manejo de este papel de filtro se deberá tener mucho cuidado para evitar pérdidas de material, sobre todo al manipularlo cuando ya está seco.
- 4.1.4. La materia mineral que contiene la cubeta se pasa completamente a una cápsula apropiada que se evapora a sequedad, primero en un baño maría y a continuación en la estufa a 100 – 105 °C hasta pesada constante.
- 4.1.5. Se recoge el total de disolución extraída midiendo su volumen con una probeta graduada, se agita perfectamente para homogeneizarlo y se toman unos 100 cm³ perfectamente medidos, que se pasan a una cápsula de porcelana previamente tarada. Se evapora primero a

sequedad en el baño maría y se calcina seguidamente al rojo sombra (500–600°C); una vez fría la cápsula se le añaden 5 cm³ de solución saturada de carbonato amónico por gramo de cenizas, se deja en digestión 1 hora a temperatura ambiente, se seca en la estufa a 100°C, se enfría en un desecador y se pesa hasta pesada constante.

Nota 3.— Pueden utilizarse aparatos similares de mayor tamaño que admiten, por consiguiente, una mayor cantidad de muestra.

4.2. Método empleando el extractor centrífugo SMM

- 4.2.1. La cantidad de muestra que debe emplearse con este método en cada extracción viene limitada, fundamentalmente, por la cantidad máxima de filler que puede retener el vaso de centrífuga y que, en el modelo aquí descrito, no debe exceder a unos 50 g aproximadamente por lo que, si la muestra representativa tiene una cantidad superior de este material, deberá fraccionarse convenientemente.
- 4.2.2. El material a ensayar se pesa en un recipiente que puede ser metálico o de vidrio, limpio, seco y previamente tarado, añadiendo luego el disolvente hasta cubrir la muestra y removiendo y agitando frecuentemente con una espátula hasta su disgregación.
- 4.2.3. Se monta en el embudo la serie de tamices y en el cuerpo de la centrífuga el vaso para filler, cerrando la tapa o carcasa para la recogida del disolvente y poniendo seguidamente en marcha la centrífuga.
- 4.2.4. Alcanzado el régimen normal de revoluciones, se agita el recipiente con la muestra y se va vertiendo el líquido sobre el embudo, regulando con la llave de paso el caudal que llega al vaso de filler. Una vez pasada toda la disolución, se añade al recipiente de la muestra una nueva porción de disolvente limpio, agitando y volviendo a pasar de nuevo la disolución como anteriormente; esta operación se repite hasta que la disolución extraída salga incolora o muy ligeramente teñida.
- 4.2.5. A continuación se levanta la tapa de la centrífuga dejándola aún en funcionamiento algunos minutos para favorecer la evaporación del disolvente; una vez parada, se saca el vaso con el filler, secándolo en una estufa a 100 – 105 °C y pesándolo una vez frío hasta pesada constante. Debe cuidarse el manejo del vaso de filler, a fin de evitar pérdidas de material durante su manipulación.
- 4.2.6. En general, si el ensayo se realiza correctamente todo el filler deberá quedar retenido en las paredes del vaso, pero si por alguna causa se sospecha que no haya sido así, el procedimiento más rápido y eficaz de comprobarlo consiste en pasar de nuevo por la centrífuga la disolución extraída empleando un segundo vaso. Como causas principales del escape de filler se pueden citar un paso de la disolución excesivamente rápido, un exceso de filler y el empleo de vasos defectuosos (nota 4).
- 4.2.7. La materia mineral retenida en los tamices se junta con la del recipiente original y se seca en la estufa a 100 – 105°C, pesándola

una vez fría hasta pesada constante.

Nota 4.— Los vasos para filler deberán ser manejados con el mayor cuidado si se desea un funcionamiento satisfactorio de los mismos. Deberán evitarse, fundamentalmente, los golpes o su limpieza empleando cualquier instrumento metálico, que pueden deteriorar o arañar su superficie interior.

5. RESULTADOS

5.1. El contenido de betún asfáltico se calcula a partir de las siguientes expresiones:

a) en porcentaje sobre mezcla total:

$$\% \text{ betún asfáltico} = \frac{(A - B) - (C + D + E)}{A - B}$$

b) en porcentaje sobre el total de áridos:

$$\% \text{ betún asfáltico} = \frac{(A - B) - (C + D + E)}{C + D + E}$$

siendo:

A = masa de la muestra ensayada.

B = masa de agua que contiene la mezcla.

C = masa de materia mineral

D = masa de cenizas (si se han determinado)

E = aumento de masa del anillo del papel de filtro o del vaso, según el método empleado.

6. DETERMINACION DE ALQUITRAN

6.1. En las mezclas bituminosas que lleven alquitrán como aglomerante, se seguirá para su determinación 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 hora en estufa o placa de calefacción a 116 °C.

6.1.2. Se continúa con el procedimiento indicado en los Apartados 4.1.1. y 4.1.2., con la variación de realizar solamente 2 adiciones de 200 cm³ cada una de creosota previamente calentada a 116 °C. Después de eliminar la última porción de creosota, se deja enfriar el recipiente de la centrífuga y su contenido hasta que alcancen una temperatura bastante inferior al punto de ebullición del benceno (80 °C), añadiendo entonces sucesivamente a la muestra 3 porciones de 200 cm³ cada una de benceno, siguiendo el procedimiento general de extracción.

6.1.3. A continuación se procede siguiendo el método general descrito en los Apartados 4.1.3., 4.1.4. y 4.1.5., pero cuidando siempre de evaporar el benceno previamente en baño maría.

6.1.4. Se calcula el porcentaje de alquitrán a partir de las expresiones dadas en el Apartado 5.

7. PRECISION

7.1. A partir de un número suficiente de determinaciones (nota 5) pueden tomarse como límites para juzgar la aceptabilidad de los resultados con un 95 por ciento de probabilidad, los siguientes:

7.1.1. Repetición.— Ensayos duplicados realizados por un mismo operador podrán considerarse sospechosos si difieren en más de las siguientes cantidades:

Desviación típica, % 0,12

Contenido de betún, % 0,34

7.1.2. Reproducción.— Ensayos efectuados por diferentes Laboratorios podrán considerarse sospechosos si difieren en más de las siguientes cantidades:

Desviación típica, % 0,20

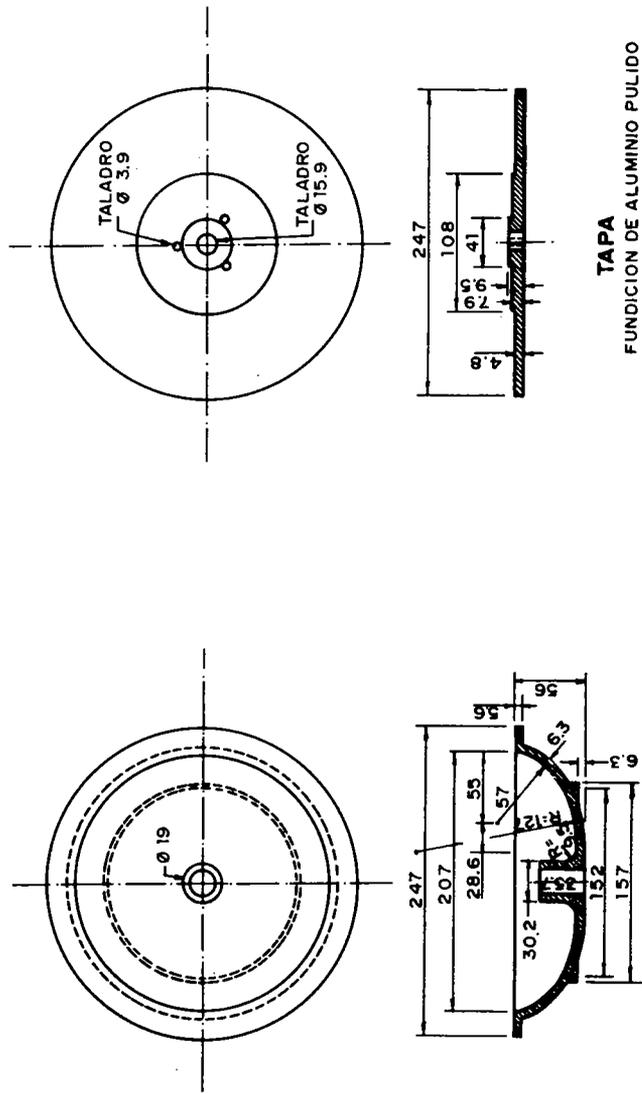
Contenido de betún, % 0,56

Nota 5.— En mezclas homogéneas, puede ser suficiente con 10 determinaciones.

8. CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM D 2172 - 72

AASHTD T 164 - 74



RECIPIENTE
FUNDICION DE ALUMINIO PULIDO

Fig. 1

COTAS EN mm

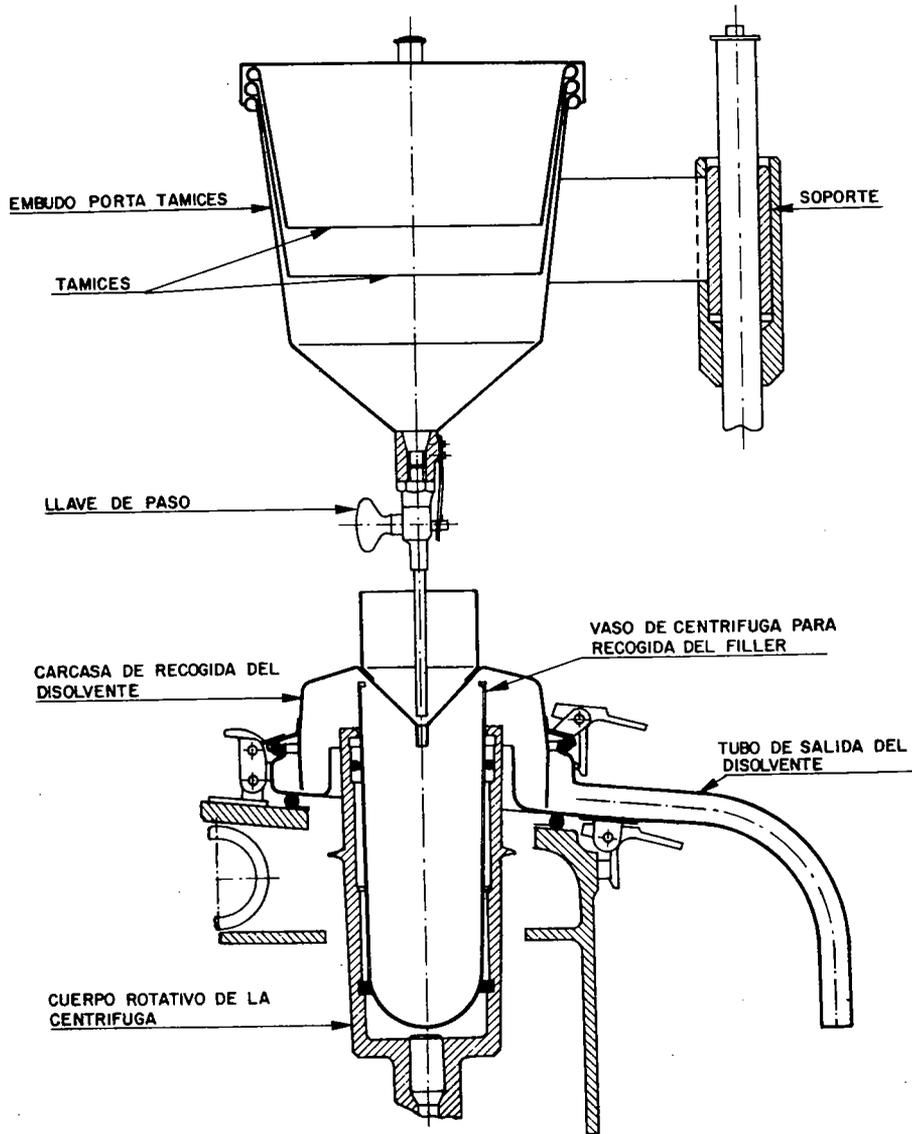


FIG. 2 ESQUEMA SIMPLIFICADO DEL EXTRACTOR CENTRIFUGO SMM

3
4. P
4

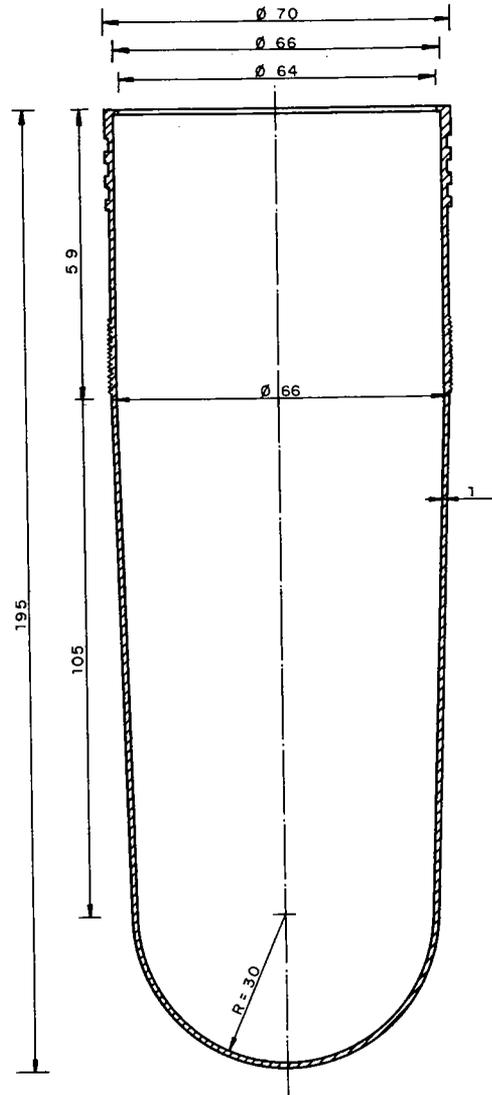


FIG. 3
VASO DE CENTRIFUGA

COTAS EN mm

3
3
r
/
-
e