

## DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE BITUMEN

INV E – 703 – 13

### 1 OBJETO

---

- 1.1** Esta norma se refiere a la determinación del contenido de bitumen de materiales que tienen al menos 25 % de este material. Este contenido se puede determinar con rapidez y exactitud por el procedimiento No. 1 que se describe en la Sección 6. Sin embargo, para algunos materiales que tienen material mineral finamente dividido que puede colmatar el filtro o que puede no ser fácilmente retenido, se deberá aplicar el procedimiento No. 2, descrito en la Sección 7.
- 1.2** Esta norma reemplaza la norma INV E-703-07.

### 2 EQUIPO Y MATERIALES

---

- 2.1** *Crisol filtrante* – De porcelana, de forma alargada con capacidad entre 25 y 40 ml; que tenga base de porosidad fina (máxima 7  $\mu\text{m}$ ).
- 2.2** *Medio de filtración analítica Celite (CAFA)* – Secado a peso constante a 105° C y almacenado en un recipiente bien tapado.

*Nota 1: Se puede usar Celite 211 o Celite 505.*

- 2.3** *Vasos de precipitados* – Griffin de forma baja, uno de 30 ml y otro de 150 ml.

- 2.4** *Bisulfuro de carbono* – Grado CP.

*Nota 2: Para materiales asfálticos de relleno se puede usar tricloroetileno si se desea. Sin embargo, en ensayos de referencia se debe usar el bisulfuro de carbono*

- 2.5** *Matraz filtrante* – Con adaptador para el crisol.

- 2.6** *Horno eléctrico.*

- 2.7** *Quemador Bunsen o mufla.*

- 2.8** *Bomba de succión.*

- 2.9** *Balanza analítica.*

**2.10 Desecador.**

**2.11 Vidrios de reloj.**

**2.12 Cápsula de evaporación.**

### **3 PRECAUCIONES**

**3.1** El bisulfuro de carbono es muy inflamable. Sus vapores se pueden encender espontáneamente o en contacto con una superficie caliente. Cuando se use este solvente, la filtración se debe desarrollar bajo una campana extractora de gases y bien distante de llamas u otra fuente de calor. Antes de colocar los crisoles u otros recipientes en el horno, se deben remover todos los vestigios de bisulfuro de carbono (lo que se comprueba por la desaparición del olor). De otra forma, los vapores se encenderán. El bisulfuro de carbono también es muy irritante de la piel y, por lo tanto, se debe evitar el contacto directo con él.

### **4 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA**

**4.1** La muestra deberá ser representativa, y si contiene más del 2 % de agua se deberá deshidratar por destilación según el método de ensayo ASTM D 370. Si el material es duro y frágil (quebradizo), podrá ser sedimentado y secado a una temperatura inferior a la de volatilización.

### **5 PREPARACIÓN DEL CRISOL**

**5.1** Si el crisol, después de una limpieza cuidadosa, ha sido usado para menos de seis (6) determinaciones, se debe limpiar como sigue: Se remueve la capa de CAFA (medio de filtración analítica) colocada en el fondo; se lava el crisol con agua destilada; se seca y se coloca en una mufla encendida durante una hora a 800° C. En seguida, se enfriá lentamente colocándolo en el desecador por una hora, para evitar su agrietamiento.

**5.2** Despues de que el crisol se haya usado en seis (6) determinaciones, se debe remover cualquier ceniza residual de los poros del área filtrante, haciéndolo hervir en solución de ácido clorhídrico 1 + 1. Despues, el crisol se hierve en agua destilada, se retrolava completamente con agua destilada, se seca y se coloca en la mufla, como se indica en la Sección 5.1.

## 6 PROCEDIMIENTO No.1

- 6.1 Se pesan unos 2 g de la muestra (tamaño suficiente para obtener entre 0.1 y 0.3 g de material insoluble) en un vaso de precipitados de 150 ml y se añaden 100 ml de bisulfuro de carbono en pequeñas porciones, con agitación continua, hasta que todos los grumos desaparezcan y no quede nada adherido al vaso. Se cubre el vaso con un vidrio de reloj y se deja en reposo por 15 minutos.
- 6.2 Se transfieren entre 0.45 y 0.55 g de CAFA seco a un crisol filtrante seco y limpio. Se distribuye uniformemente sobre el fondo e inmediatamente se pesa y se anota la masa del crisol con el Celite.
- 6.3 Se decanta la solución de bisulfuro de carbono a través de la capa de CAFA, (previamente humedecida con bisulfuro de carbono) en el crisol preparado, con o sin una ligera succión, según sea necesario, reteniendo en el vaso de precipitados tanto sedimento como sea posible, hasta que la solución haya drenado a través de la capa de CAFA. Se lava el vaso con una pequeña cantidad de bisulfuro de carbono y se transfieren todos los sedimentos al crisol. No se debe permitir que la capa de CAFA se seque en ningún momento, hasta completar la filtración. Se lava el contenido del crisol con bisulfuro de carbono, hasta que el filtrado sea sustancialmente incoloro; entonces, se aplica una succión fuerte para remover el bisulfuro de carbono remanente. Se retira el crisol del adaptador, se lava la base de cualquier producto bituminoso, y se coloca el crisol encima del horno hasta que prácticamente todo el bisulfuro de carbono se haya separado (se deben tener presentes las precauciones mencionadas en el numeral 3.1). Se coloca en el horno a  $110 \pm 10^\circ \text{C}$  por lo menos durante 20 minutos. Después, se enfriá en el desecador y se determina su masa.
- 6.4 Si alguna materia insoluble se adhiere al vaso de precipitados, se seca éste en el horno a  $110^\circ \text{C}$  y se determina su masa. La masa de este material adherido se deberá añadir como corrección a la masa del material insoluble en el crisol.
- 6.5 Si se requiere la determinación del material mineral, se enciende el crisol con la muestra, hasta quedar incandescente con un color rojo opaco. Se mantiene a esta temperatura, hasta que todo el carbono que tenga se haya consumido; entonces, se eleva la temperatura para producir un rojo brillante. Después de enfriar, se añade al residuo una solución saturada de carbonato de amonio en una cantidad aproximada a cinco veces su masa y se deja una hora aproximadamente a la temperatura ambiente en un vaso de precipitados cubierto; después, se seca en un horno a una temperatura entre 105 y  $110^\circ \text{C}$ ,

hasta masa constante (nota 3). Se añade a la masa del material mineral la corrección señalada en el numeral 6.4 y si es necesario, también la que se menciona en el numeral 6.6.

*Nota 3: En el caso de que estén presentes sales solubles en agua pero no en bisulfuro de carbono, se debe determinar la cantidad de ellas de acuerdo con el procedimiento descrito en los Proceedings de la ASTM, Volumen 37, Parte I, página 395, 1937.*

- 6.6** Si existe alguna duda sobre la cantidad de material mineral que puede haber atravesado el filtro, se deberá realizar la corrección descrita en el numeral 7.5.

## 7 PROCEDIMIENTO No.2

- 7.1** Se pesan aproximadamente 2 g de muestra en un vaso de precipitados tarado, de 50 ml. Se añaden 0.5 g de CAFA recién secado, pesada con aproximación de 0.001 g. Se cubre con 25 ml de bisulfuro de carbono y se agita el CAFA dentro del líquido. Se cubre con un vidrio de reloj y se deja en reposo al menos por 1 hora, agitando ocasionalmente con el fin de disolver completamente la muestra.
- 7.2** Se transfieren entre 0.45 y 0.55 g de CAFA seco, en un crisol filtrante, limpio y seco. Se distribuye uniformemente el Celite sobre el fondo e inmediatamente se pesa y se anota la masa del crisol con el Celite.
- 7.3** Antes de iniciar el proceso de filtrado, se agita la ayuda del filtrado dentro del líquido. Se humedece la capa del Celite colocada en el crisol, con bisulfuro de carbono. Se vierte sobre el Celite la solución contenida en el vaso de precipitados, llenando el crisol hasta su borde superior. Se aplica una ligera succión y a medida que el líquido se va filtrando, se vierte el contenido remanente del vaso de precipitados en el crisol. Se lava el vaso con una pequeña cantidad de bisulfuro de carbono y se transfieren todos los sedimentos del vaso a la capa de Celite. No se debe dejar que la capa de CAFA se seque antes de que se complete la filtración. Se lava el contenido del crisol con bisulfuro de carbono, hasta que el filtrado sea sustancialmente incoloro; entonces, se aplica una succión fuerte para remover el bisulfuro de carbón remanente. Se retira el crisol del adaptador y se lava la base de cualquier producto bituminoso, y se coloca el crisol encima del horno hasta que prácticamente todo el bisulfuro de carbono se haya separado (se deben tener presentes las precauciones mencionadas en el numeral 3.1). Se coloca en el horno a  $110 \pm 10^\circ\text{C}$  por lo menos durante 20 minutos. Despues, se enfria en el desecador y se determina su masa.

- 7.4 Si alguna materia insoluble se adhiere al vaso de precipitados, se seca éste en el horno a 110° C y se determina su masa. La masa de este material adherido se deberá añadir como corrección a la masa del material insoluble en el crisol.
- 7.5 Se enciende la cápsula de evaporación hasta rojo opaco. Se enfría en el desecador y se determina su masa. Se vierte el filtrado del matraz en la cápsula y se lava el matraz muy bien con bisulfuro de carbono, depositando también el desecho del lavado en la cápsula de evaporación. Se enciende este bisulfuro de carbono bajo una campana extractora y se quema el residuo hasta cuando no permanezcan manchas negras o incandescentes. Se requiere mucho cuidado durante el proceso de quemado, para evitar que partículas ligeras encendidas salten por fuera de la cápsula. Se enfría en un desecador y se determina su masa inmediatamente. Esta masa será añadida como una corrección a la masa del material insoluble en el crisol.
- 7.6 Si se necesita determinar el material mineral, se calienta el crisol con su contenido (del numeral 7.3) hasta cuando se encienda con un color rojo opaco. Se mantiene esta temperatura hasta que todo el carbono se haya consumido; entonces, se eleva la temperatura para producir un rojo brillante. Despues de enfriar, se añade al residuo una solución saturada de carbonato de amonio en una cantidad aproximada a cinco veces su masa y se deja una hora aproximadamente a la temperatura ambiente en un vaso de precipitados cubierto; despues, se seca en un horno a una temperatura entre 105 y 110° C, hasta masa constante (nota 3). Se suman las correcciones mencionadas en los numerales 7.4 y 7.5 a la masa del material mineral que se encuentra en el crisol.
- 7.7 La masa del medio de filtración analítica adicional que se haya utilizado, se debe sustraer de la masa total del residuo insoluble y también de la masa total del material mineral en el crisol, con el fin de obtener la masa neta.

## 8 CÁLCULOS

- 8.1 Se calcula el contenido de bitumen (% soluble en bisulfuro de carbono), redondeado a 0.1 %, como sigue:

$$\% \text{ de bitumen} (\% \text{ soluble en bisulfuro de carbono}) = 100 - \left[ \frac{A + D}{B} \times 100 \right] \quad [703.1]$$

Donde: A: Masa total del material insoluble presente, g;

B: Masa total de la muestra libre de agua;

D: Masa de corrección.

## 9 INFORME

- 9.1** Se informa el contenido de bitumen, como un porcentaje de la masa del material libre de agua. También, se reporta cuál de los procedimientos (el No. 1 o el No. 2) se empleó.

## 10 PRECISIÓN

- 10.1** Las desviaciones estándar y los criterios para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95% de nivel de confianza), se presentan en la Tabla 703 - 1.

Tabla 703 - 1. Desviaciones estándar y diferencias máximas aceptables entre dos resultados

PRODUCTO BITUMINOSO	VARIABILIDAD UN LABORATORIO		VARIABILIDAD ENTRE LABORATORIOS	
	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	REPETIBILIDAD	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	REPRODUCIBILIDAD
Alquitrán, grados líquidos	0.11	0.31	0.22	0.61
Alquitrán, grados semisólidos	0.17	0.48	0.83	2.34

- 10.1.1** Las desviaciones estándar indicadas representan la desviación estándar estimada del proceso de medida en las condiciones establecidas. Ellas se han calculado multiplicando las desviaciones típicas de los datos aplicables por el factor:  $1 + \frac{1}{4 \times (N-1)}$ , donde N es el número de ensayos.

- 10.1.2** De acuerdo con estos valores, dos resultados obtenidos por un solo operador sobre una misma muestra, se consideran dudosos si difieren en más de 0.31 o 0.48, según el tipo de producto ensayado.

**10.1.3** Dos resultados obtenidos por distintos operadores en diferentes laboratorios, se consideran dudosos si difieren en más de 0.61 o 2.34, según el tipo de producto ensayado.

## **11 NORMAS DE REFERENCIA**

---

ASTM D 4 – 86 (Reaprobada 2010)

NORMAS Y ESPECIFICACIONES 2012 INVIA'S