

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE AGUA EN LOS MATERIALES BITUMINOSOS POR DESTILACIÓN

INV E – 704 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Esta norma describe el procedimiento que se debe seguir para la determinación del contenido de agua, en el rango de 0 a 25 %, en los materiales asfálticos en general, como crudos de petróleo, alquitranes y productos derivados de ambos materiales.

Nota 1: Si el material contiene materiales volátiles solubles en el agua, ellos serán medidos como agua en el ensayo

- 1.2** Para el caso de las emulsiones asfálticas, se debe seguir el procedimiento descrito en la norma INV E-761.
- 1.3** Esta norma reemplaza la norma INV E-704-07.

2 DEFINICIONES

- 2.1** *Material bituminoso* – Producto líquido muy viscoso o semi-sólido, de color negro o muy oscuro, constituido principalmente por compuestos aromáticos y/o nafténicos de alto peso molecular.

3 RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1** El método se basa en la destilación a refluo de una muestra del material asfáltico, conjuntamente con un solvente volátil no miscible con el agua. El conjunto se calienta y, al condensarse, el solvente cae en un colector graduado del equipo arrastrando el agua que se separa después, formando una capa inferior. El exceso de solvente rebosa y vuelve al matraz.

4 IMPORTANCIA Y USO

- 4.1** El ensayo se utiliza para determinar la existencia de contaminaciones indebidas en el producto asfáltico y para asegurarse de que no se produzca espuma durante el calentamiento.

- 4.2** La cantidad de agua determinada por este método se usa para verificar el cumplimiento del producto bituminoso en relación con la especificación sobre contenido de agua.

5 EQUIPO

- 5.1** *Aparato de destilación* – Está formado por un matraz de vidrio o metal, calentado por un medio apropiado, y un refrigerante de reflujo que descarga los líquidos condensados en un colector graduado, en el cual se recoge y se mide el agua, devolviéndose el exceso de solvente al matraz. El tipo de aparato empleado no es un rasgo esencial del método, pero es necesario cuidar 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 que tengan anillos de caucho para uniones de vidrio o metal. En las Figuras 704 - 1, 704 - 2 y 704 - 3 se presentan montajes típicos.
- 5.2** *Matraz de vidrio (Figura 704 - 1)* – Recipiente de vidrio resistente al calor, con un cuello corto en el cual se pueda ensamblar el tubo de reflujo de la trampa que se va a utilizar. Su capacidad puede ser de 500, 1000 o 2000 ml, según la cantidad de muestra requerida.

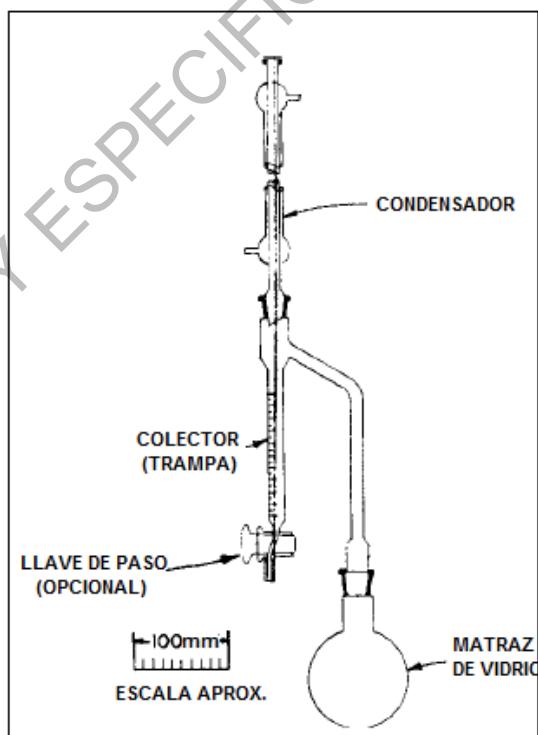


Figura 704 - 1. Montaje con matraz de vidrio (Dean – Stark)

- 5.3 Matraz metálico (Figura 704 - 3)** – Tendrá forma cilíndrica y estará provisto de una pestaña en su borde superior, a la cual se sujetará la tapa por medio de una abrazadera, formando un cierre completamente hermético. Esta tapa será del mismo material que el matraz y estará provista de un orificio de unos 25 mm (1") de diámetro interior. Se dispondrá de matraces metálicos de las mismas capacidades recomendadas antes para los de vidrio.
- 5.4 Sistema de calefacción** – Con el matraz de vidrio se puede utilizar un mechero normal de gas o un calentador eléctrico. Con el metálico se emplearán mecheros anulares de gas, con agujeros de salida en su parte interior y de las dimensiones apropiadas al tamaño del matraz utilizado. Estos mecheros se podrán deslizar verticalmente a lo largo del matraz, para prevenir la formación de espuma o la tendencia a la solidificación que pueden presentar ciertos materiales.
- 5.5 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 704 - 1 y 704 - 3 se indica su forma de montaje en el aparato.
- 5.6 Colector graduado (trampa)** – 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 ml graduados en 0.05 ml y de 10 y 25 ml, graduados en 0.1 ml. La Figura 704 - 2 muestra una forma y tamaño apropiados para estos aparatos.

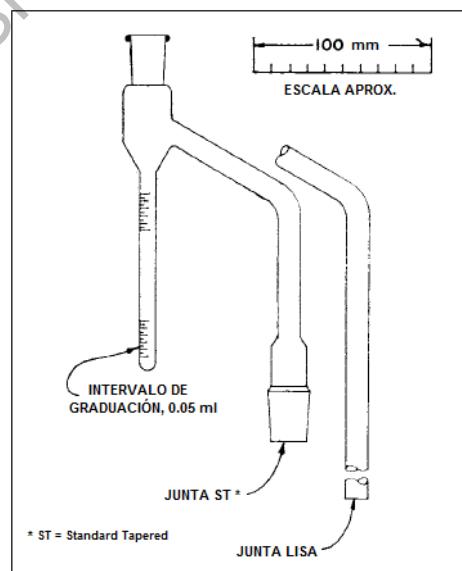


Figura 704 - 2. Colectores con junta esmerilada (ST) y lisa

6 SOLVENTES

6.1 Solventes aromáticos – Para productos asfálticos, a los cuales se refiere específicamente esta norma, se emplearán solventes aromáticos, de los cuales son aceptables los que se mencionan a continuación. Se debe tener extremo cuidado al usarlos, pues todos son inflamables y sus gases son nocivos:

- 6.1.1** Xileno de grado industrial.
 - 6.1.2** Mezcla en volumen de 20 % de tolueno grado industrial y 80 % de xileno grado industrial.
 - 6.1.3** Nafta de petróleo o alquitrán de hulla, libres de agua, y que destile como máximo un 5 % a 125° C (257° F) y como mínimo, el 20 % a 160° C (320° F). Su densidad relativa (gravedad específica) a 15.6/15.6° C (60/60° F) será mayor de 0.8545.
- 6.2 Solvente para ensayo en blanco** – El contenido de agua del solvente se debe determinar destilando una cantidad equivalente del mismo solvente usado con la muestra de ensayo en el aparato de destilación y procediendo como se indica en la Sección 9. El resultado del ensayo en blanco se deberá determinar a la división más cercana y se usará para corregir el volumen de agua atrapada según se describe en la Sección 10.

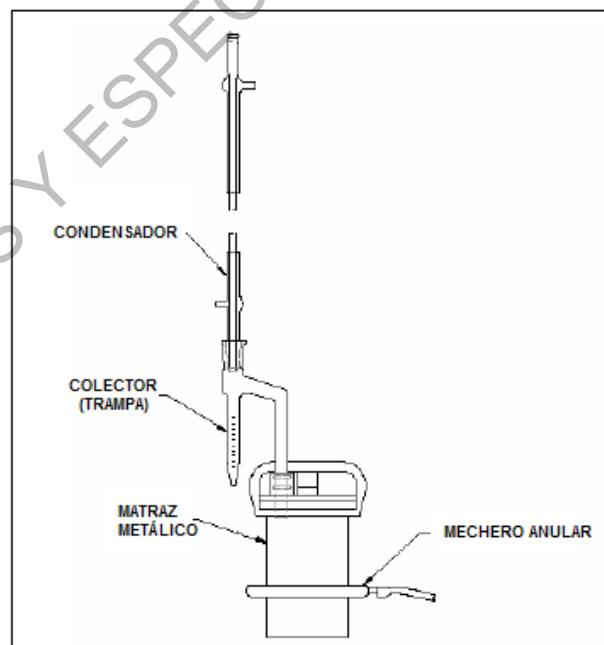


Figura 704 - 3. Montaje con matraz metálico

7 MUESTREO

- 7.1** El muestreo se define como el conjunto de pasos necesarios para obtener una alícuota del contenido de cualquier tanque, tubería u otro sistema, mediante la aplicación de la norma INV E – 701.
- 7.2** 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 que pasen el exceso de agua a una probeta graduada.

8 VERIFICACIÓN

- 8.1** La exactitud de las marcas de graduación en la trampa debe ser certificada o verificada mediante estándares internacionales. La verificación se debe adelantar con una micro-bureta o una micro-pipeta de 5 ml, con posibilidad de lectura a 0.01 ml.
 - 8.1.1** En los estilos A, B, C y D de la Tabla 704 - 1, se debe verificar cada subdivisión (esto es, de 0.1 a 1.0 ml) de la porción cónica de la trampa. Despues, se verifica cada subdivisión mayor (2.0, 3.0, 4.0 y hasta el volumen total de la trampa).
 - 8.1.2** En los estilos E y F, se debe verificar cada subdivisión mayor (0.1 ml, 1.0 ml, 2.0 ml, 4.0 ml y 5.0 ml en el estilo E y 0.05 ml, 0.5 ml, 1.0 ml, 1.5 ml y 2.0 ml en el estilo F).
- 8.2** Todo el ensamble de vidrio se debe verificar antes de su primer uso y luego de manera periódica, como se indica en seguida:
 - 8.2.1** Se colocan 400 ml de xileno seco (0.02 % de agua máximo) o el solvente a ser utilizado en el análisis de muestras desconocidas, dentro del aparato y se ensaya de acuerdo con la Sección 9. Cuando se complete, se descarta el contenido de la trampa y se añade el volumen de agua especificado como “primer ensayo” en la Tabla 704 - 2 directamente al matraz y se ensaya como se indica en la Sección 9.
 - 8.2.2** Se repite la prueba mencionada en el numeral 8.2.1 y se añade directamente al matraz el volumen de agua señalado como “segundo ensayo” en la Tabla 704 - 2. El ensamble del equipo es satisfactorio

solamente si las lecturas en la trampa están dentro de las tolerancias especificadas en la Tabla 704 - 2.

- 8.3** Una lectura por fuera de los límites permisibles se puede deber a pérdidas de vapor por un montaje deficiente, una ebullición muy rápida, inexactitudes en la calibración de la trampa o el ingreso de una humedad ajena. Una vez eliminados estos factores, se repetirá la verificación.

Tabla 704 - 1. Especificaciones y tipos de colectores graduados

ESTILO	PARTE SUPERIOR DEL TUBO GRADUADO	PARTE INFERIOR DEL TUBO GRADUADO	PARTE INFERIOR DEL TUBO DE VAPOR	TAMAÑO DE LA TRAMPA ml	RANGO ml	MENOR DIVISIÓN DE ESCALA ml	MÁXIMO ERROR DE ESCALA ml
A	Junta ST	Cónica	Junta ST	10	0 a 1.0 > 1.0 a 10.0	0.1 0.2	0.05 0.1
B	Junta ST	Cónica	Junta ST	25	0 a 1.0	0.1	0.05
C	Junta ST	Cónica	Lisa	25	> 1.0 a 25	0.2	0.1
D	Junta ST	Cónica	Lisa	25	1.0 a 25	0.2	0.1
E	Junta ST	Redonda	Junta ST	5	0 a 5.0	0.1	0.05
				5	0 a 5.0	0.05	0.025
F	Junta ST	Redonda	Junta ST	10 2	0 a 10.0 0 a 2.0	0.1 0.05	0.1 0.025

Tabla 704 - 2. Límites admisibles en mililitros

CAPACIDAD DEL COLECTOR A 20° C	VOLUMEN DE AGUA AÑADIDO AL MATRAZ A 20° C	LÍMITES ADMISIBLES DE AGUA RECUPERADA A 20° C
<u>COLECTOR CILÍNDRICO</u>		
2 (1 ^{er} ensayo)	1	1 ± 0.05
2 (2º ensayo)	1.9	1.9 ± 0.05
5 (subdivisiones de 0.05 ml) (1 ^{er} ensayo)	1	1 ± 0.05
5 (subdivisiones de 0.05 ml) (2º ensayo)	4.5	4.5 ± 0.05
5 (subdivisiones de 0.1 ml) (1 ^{er} ensayo)	1	1 ± 0.1
5 (subdivisiones de 0.1 ml) (2º ensayo)	4.5	4.5 ± 0.1
10 (1 ^{er} ensayo)	5	5 ± 0.1
10 (2º ensayo)	9	9 ± 0.1
<u>COLECTOR CÓNICO</u>		
10 (1 ^{er} ensayo)	1	1 ± 0.1
10 (2º ensayo)	9	9 ± 0.2
25 (1 ^{er} ensayo)	12	12 ± 0.2
25 (2º ensayo)	24	24 ± 0.2

9 PROCEDIMIENTO

Nota 2: La precisión del resultado de este ensayo se ve afectada por las gotas de agua que queden adheridas a las superficies de los elementos de destilación y no caigan al colector graduado. Para minimizar el problema, se deberán limpiar todos los elementos por medios químicos al menos una vez al día para remover las impurezas que puedan entorpecer el libre drenaje del agua dentro del aparato. Se recomienda una limpieza más frecuente cuando la naturaleza de los materiales que se ensayan produce una contaminación persistente.

- 9.1 Se toma la cantidad adecuada de muestra con una aproximación de ± 1 %, y se introduce en el matraz.
- 9.2 Los materiales sólidos o viscosos (caso de los asfaltos) se pesan directamente en el matraz, añadiendo a continuación 100 ml del solvente adecuado (Sección 6). En el caso de materiales con un contenido bajo de agua, puede ser necesario emplear cantidades mayores de solvente si la muestra es muy grande.

- 9.3** Se pueden emplear bolas de vidrio u otro material adecuado para favorecer la ebullición.
- 9.4** Se montan los componentes del aparato como se indica en las Figuras 704 - 1, 704 - 2 y 704 - 3, eligiendo el colector (trampa) de acuerdo con el contenido de agua esperado y asegurando un cierre completamente hermético en todas las conexiones. Si se emplea el matraz metálico con tapa removible, entre el matraz y la tapa se debe colocar un aro de papel húmedo grueso, impregnado con solvente. 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 agua fría a través de la camisa de refrigeración.
- 9.5** Se aplica calor al matraz, ajustando la rata de ebullición 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 el matraz metálico, se comienza colocando el mechero anular a unos 75 mm (3") por encima de su fondo, bajándolo gradualmente al ir progresando la destilación. La destilación se continúa hasta cuando no se observe resto alguno de agua en ninguna parte del aparato, salvo en el colector; y el volumen de agua recogida, se haya mantenido constante durante 5 minutos. Si se observa un anillo persistente de agua condensada en la parte inferior del tubo del refrigerante, se aumenta con cuidado la velocidad de destilación o se aisla durante algunos minutos el condensador de agua.
- 9.6** Una vez finalizada la destilación, se apaga la fuente de calor y se espera que el colector y su contenido se enfríen a temperatura ambiente. Con una varilla fina de vidrio o de politetrafluoroetileno se arrastran las gotas de agua que puedan haber quedado adheridas a las paredes del colector, uniéndolas a la masa de agua. Se lee y anota el volumen de agua recogida en el colector con la aproximación que tenga su escala.
- 9.7** Se debe establecer un ensayo de solvente en blanco, como se indica en el numeral 6.2.

10 CÁLCULOS

10.1 Se calcula el contenido de agua de la muestra como porcentaje en masa o volumen, según la base en la cual se tomó la muestra, mediante las expresiones:

10.1.1 En volumen:

$$\% \text{ agua (V/V)} = \frac{(\text{volumen de agua en la trampa, ml}) - (\text{agua en el solvente en blanco, ml})}{\text{volumen de la muestra de ensayo, ml}} \times 100 \quad [704.1]$$

10.1.2 En masa:

$$\% \text{ agua (V/M)} = \frac{(\text{volumen de agua en la trampa, ml}) - (\text{agua en el solvente en blanco, ml})}{\text{masa de la muestra de ensayo, g}} \times 100 \quad [704.2]$$

11 INFORME

11.1 El resultado se expresará como contenido de agua según esta norma, con una aproximación del 0.05 % si se ha utilizado el colector (trampa) de 2 ml; con una aproximación del 0.1 % si se han utilizado los colectores de 10 o de 25 ml, y a la subdivisión más cercana si se empleó un colector de 5 ml con una muestra de 100 ml o 100 g.

12 PRECISIÓN Y SESGO

12.1 *Precisión* – Se pueden emplear los criterios mencionados en los numerales 12.1.1 y 12.1.2 para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95 % de probabilidad), con los colectores de 10 y 25 ml. Aún no se ha establecido la precisión para el colector de 2 ml.

12.1.1 *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 cantidades indicadas en la Tabla 704 - 3.

12.1.2 Reproducibilidad – Los ensayos realizados por distintos operadores y laboratorios sobre una misma muestra, se considerarán sospechosos si difieren en más de las cantidades indicadas en la Tabla 704 - 3.

Tabla 704 - 3. Precisión

TIPO	AGUA COLECTADA, ml	DIFERENCIA, ml
Repetibilidad	0.0 – 1.0 1.1 – 25	0.1 0.1 ml o 2 % del promedio, la que sea mayor
Reproducibilidad	0.0 – 1.0 1.1 – 25	0.2 0.2 ml o 10 % del promedio, la que sea mayor

12.2 Sesgo – Como no hay un material de referencia aceptado para determinar el sesgo por el procedimiento descrito en esta norma, no se hace declaración sobre el asunto.

13 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM D 95 – 05 (Reaprobada 2010)