

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE PARAFINAS EN LIGANTES ASFÁLTICOS

INV E – 718 – 13

1 OBJETO

- 1.1 Esta norma describe un método para determinar el contenido de parafinas en los ligantes asfálticos.

2 DEFINICIONES

- 2.1 *Parafinas* – Mezcla de hidrocarburos que cristaliza en una mezcla al 50 % (V/V) de éter y etanol a temperaturas hasta -20°C , que se obtiene por un proceso específico y su punto de fusión es superior a 25°C .

3 RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1 El contenido de parafinas del producto bituminoso se determina después de la extracción de los asfaltenos con destilado ligero de petróleo, y de la extracción con ácido sulfúrico fumante de la mayor parte los componentes aromáticos. La muestra extraída se disuelve en una mezcla de etanol y éter de suficiente volumen para que todos los componentes aceitosos permanezcan en solución al enfriarse después para precipitar las parafinas. La solución se enfría a $-20 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ y las parafinas cristalizadas se filtran y se recogen en un crisol de filtrado, enfriado también a $-20 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$. Los cristales de parafina se vuelven a disolver en tolueno caliente que se evapora y, a continuación, se pesa el residuo.

4 IMPORTANCIA Y USO

- 4.1 El asfalto procedente de ciertos crudos ricos en parafina no es apto para fines viales, por cuanto la naturaleza cristalina y no adherente de las parafinas causa efectos negativos sobre la calidad y el comportamiento del producto. A altas temperaturas, las parafinas reducen la resistencia a las deformaciones permanentes de las mezclas asfálticas y a bajas temperaturas se cristalizan y

contribuyen al agrietamiento. Además, afectan adversamente la adherencia con los agregados.

5 EQUIPO

- 5.1 *Matraces Erlenmeyer* – De 150 ml, con tapón esmerilado.
- 5.2 *Placa porosa filtrante* – De porosidad P16, 10 a 16 μm (norma ISO 4793).
- 5.3 *Matraz de vacío* – De 500 ml y dispositivo de aspiración para hacer vacío.
- 5.4 *Embudo de decantación* – De 500 ml.
- 5.5 *Cristalizador* – Con diámetro aproximado de 50 mm.
- 5.6 *Balanza* – De ± 2 mg de precisión, con posibilidad de lectura de 0.1 mg.
- 5.7 *Recipiente termoaislado* – Que contiene un líquido refrigerante mantenido a una temperatura de $-20 \pm 0.5^\circ \text{C}$ por un dispositivo apropiado.
- 5.8 *Baño de agua* – Con regulación de 30 a 40° C, para evaporar las soluciones.
- 5.9 *Horno* – De ventilación forzada, termostáticamente regulable, que pueda mantener una temperatura de $110 \pm 5^\circ \text{C}$.
- 5.10 *Termómetros de varilla de vidrio* – Uno para la muestra, con escala de -38 a $+50^\circ \text{C}$, con subdivisiones cada 1°C , longitud total de 360 ± 5 mm, inmersión de 180 ± 5 mm y diámetro exterior de la varilla de 10 ± 0.5 mm. Otro para el baño, con escala de -38 a $+50^\circ \text{C}$, con subdivisiones cada 0.5°C , longitud total de 220 ± 5 mm, inmersión de 50 ± 5 mm y diámetro exterior de la varilla de 8 ± 0.5 mm.

Nota 1: En lugar de termómetros de columna de mercurio se pueden utilizar otros medios para medir la temperatura. Sin embargo, el sistema de referencia es el termómetro de mercurio y cualquier otro tipo de dispositivo se debe calibrar para conseguir las mismas lecturas que con el de columna de mercurio, pero teniendo en cuenta el tiempo diferente de respuesta térmica.

Nota 2: Al medir y regular temperaturas constantes, como ocurre con este método de ensayo, los distintos dispositivos pueden mostrar variaciones cíclicas mayores que los termómetros de mercurio, en función de la duración del ciclo de calentamiento y de la cantidad de calor aportado.

6 REACTIVOS

- 6.1** *Tolueno* – Grado 1, según la norma ISO 5272.
- 6.2** *Ácido sulfúrico* – Concentrado al 96 % (1835 kg/m³ de densidad a 20° C).
- 6.3** *Ácido sulfúrico fumante* – 60 % de SO₃ (V/V) en H₂SO₄.
- 6.4** *Etanol* – 99 % (V/V).
- 6.5** *Etoxi-etano (éter dietílico) anhidro*.
- 6.6** *Hidróxido de sodio* – En pastillas.
- 6.7** *Fenolftaleína* – Solución al 1% de fenolftaleína en 99 % de etanol.
- 6.8** *Destilado ligero de petróleo* – Con una densidad aproximada de 645 kg/m³ a 15° C y un rango de destilación entre 30 y 75° C, aproximadamente.
- Nota 3: También es apropiado el producto denominado éter de petróleo.*
- 6.9** *Agua* – Debe cumplir con el grado 3 de la norma ISO 3696. Sus características fundamentales se muestran en la Tabla 718 - 1:

Tabla 718 - 1. Calidad del agua grado 3 norma ISO 3696

CONTAMINANTE	PARÁMETRO	RESULTADO
Iones	Resistividad a 25 °C/MΩ·cm Conductividad a 25 °C/μS·cm ⁻¹	0.2 máx. 5.0 máx.
Acidez/alcalinidad	pH a 25° C	5.0 -7.5
Sólidos totales	mg/kg	2 máx.

Nota 4: Todos los reactivos deberán ser de calidad analítica reconocida.

7 MUESTREO

- 7.1** Las muestras de laboratorio se deben tomar de acuerdo con la norma INV E-701.

8 PROCEDIMIENTO

- 8.1** Se pesa, aproximadamente, 1 g del producto asfáltico, con exactitud de 1 mg, en cada uno de los dos matraces Erlenmeyer, secos y previamente tarados con sus tapones, para obtener las masas respectivas de las dos muestras, M_1 y M'_1 .
- 8.2** Se añaden a cada muestra 70 ± 2 ml del destilado ligero de petróleo y se agita hasta que se hayan disuelto completamente.
- 8.3** Se colocan los matraces, con su tapón, en posición inclinada y se les deja en reposo, protegidos de la luz, durante 48 horas.
- 8.4** Utilizando la placa filtrante, se filtra la mezcla con vacío y se lava el precipitado (que contiene los asfaltenos) con destilado ligero de petróleo hasta que el filtrado sea prácticamente incoloro.
- 8.5** Se vierte la solución de destilado de petróleo (que contiene los maltenos y la parafina) en el embudo de decantación.
- 8.6** Se añaden 30 ± 2 ml de una solución ácida compuesta por 2/3 de ácido sulfúrico y 1/3 de ácido sulfúrico fumante.
- 8.7** Se agita suavemente para evitar que se produzca una reacción rápida y la formación de una emulsión estable; luego, se agita enérgicamente, procurando que el embudo se mantenga inclinado para poder abrir la llave de purga y permitir que salgan los vapores de destilado de petróleo formados como consecuencia de la reacción exotérmica.
- 8.8** Se deja reposar durante 12 ± 4 horas y, a continuación, se decanta la capa ácida. Se añaden 30 ± 2 ml de ácido sulfúrico, se agita como se indicó antes y se decanta de nuevo al cabo de 4 ± 2 horas. Si la capa ácida está coloreada, se repite el tratamiento con ácido sulfúrico.
- 8.9** Se lava la solución dejada en el embudo de decantación, primero con agua y después con una solución alcohólica de hidróxido de sodio al 5 % (50 ± 2 ml de agua, 50 ± 2 ml de etanol y 5 ± 0.1 g de hidróxido de sodio) y, finalmente, repetidas veces con agua hasta que se compruebe, con el indicador de fenolftaleína, que no hay reacción alcalina de la capa de agua.
- 8.10** Se vierte la solución en un matraz Erlenmeyer y se evapora el destilado de petróleo.

- 8.11** Se disuelve el residuo con 50 ± 2 ml de etoxi-etano y después se añaden 50 ± 2 ml de etanol.
- 8.12** Se deja en reposo durante 1 hora a $-20 \pm 0.5^\circ \text{C}$ en el recipiente termoaislado. Simultáneamente, se deja enfriar un matraz Erlenmeyer que contenga 60 ± 2 ml de una mezcla de partes iguales de etanol y etoxi-etano.
- 8.13** Utilizando la placa filtrante, enfriada también a $-20 \pm 0.5^\circ \text{C}$, se filtra la muestra con vacío en menos de 5 minutos. Si la solución no se filtra en ese tiempo, la parafina, que cristaliza a $-20 \pm 0.5^\circ \text{C}$, se volverá a disolver y el ensayo se deberá rechazar. Se lava tres veces con 20 ± 2 ml de la mezcla de etanol y etoxi-etano enfriada a $-20 \pm 0.5^\circ \text{C}$, hasta que se eliminen los componentes aceitosos.
- 8.14** Se lleva la placa filtrante al horno a $110 \pm 5^\circ \text{C}$ durante 1 hora y, a continuación, se coloca en un desecador.
- 8.15** Utilizando la menor cantidad posible de tolueno caliente, se disuelve la parafina y se recoge la solución en un cristizador previamente pesado.
- 8.16** Se evapora el disolvente y se pesa la parafina, con aproximación al mg. Así, se obtienen las masas M_2 y M'_2 para cada una de las muestras.

9 CÁLCULOS

- 9.1** Se calcula el contenido de parafinas (C_p y C'_p) de las dos muestras, como porcentaje en masa, aplicando las ecuaciones:

$$C_p = \frac{M_2}{M_1} \times 100 \quad [718.1]$$

$$C'_p = \frac{M'_2}{M'_1} \times 100 \quad [718.2]$$

- 9.2** Los dos resultados se consideran válidos si no difieren en más de 1 %. Se determina el valor promedio.

10 INFORME

10.1 Deberá contener lo siguiente:

- 10.1.1 Identificación completa de la muestra (tipo de asfalto, procedencia).
- 10.1.2 Resultado de los otros ensayos de control que se hayan realizado sobre la misma muestra.
- 10.1.3 Contenido de parafinas, redondeado al 0.5 % más próximo.

11 PRECISIÓN

- 11.1 *Repetibilidad* – La diferencia entre dos resultados de ensayos, obtenidos por el mismo operador con el mismo equipo, en condiciones de operación constantes y para idéntico material de ensayo, no deberá, en una larga serie de ensayos, aplicando correctamente el método de ensayo descrito en esta norma, exceder más de una vez en 20 casos, el valor indicado en la Tabla 718 - 2.
- 11.2 *Reproducibilidad* – La diferencia entre dos resultados únicos e independientes, obtenidos por distintos operadores trabajando en laboratorios diferentes con el mismo material de ensayo, no deberá, en una larga serie de ensayos, aplicando correctamente el método de ensayo descrito en esta norma, exceder más de una vez en 20 casos, el valor indicado en la tabla 2.

Tabla 718 - 2. Precisión

CONTAMINANTE	REPETIBILIDAD r	REPRODUCIBILIDAD R
Porcentaje del contenido de parafinas (en % absoluto)	1	2

Nota 5: Estos valores de precisión no son necesariamente aplicables en condiciones de ensayo diferentes, ni a asfaltos oxidados o modificados

12 NORMAS DE REFERENCIA

UNE – EN – 12606 – Mayo 2000