

DESTILACIÓN DE ASFALTOS LÍQUIDOS

INV E – 723 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Esta norma describe un procedimiento para efectuar el ensayo de destilación de los asfaltos líquidos.
- 1.2** Esta norma reemplaza la norma INV E-723-07.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

- 2.1** El ensayo consiste en destilar a una velocidad determinada una muestra de 200 ml del asfalto líquido en un matraz de 500 ml, hasta 360° C (680° F), recogiendo y midiendo los volúmenes del destilado que se van obteniendo a unas temperaturas especificadas. El residuo final de la destilación, así como los destilados, se pueden caracterizar empleando normas de ensayo apropiadas.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1** Este método de ensayo permite determinar la cantidad de componentes volátiles que contiene un asfalto líquido. Las propiedades del residuo después de la destilación no coinciden necesariamente con las del cemento asfáltico básico empleado para fabricar el producto, ni con las del residuo que queda en el campo después de un tiempo de aplicado el asfalto líquido en la obra. La presencia de silicona en el asfalto líquido puede afectar el residuo de destilación, a causa de la lenta pérdida de volátiles que sufre este residuo después del ensayo.

4 EQUIPO

- 4.1** *Matraz de destilación* – Un matraz de destilación de 500 ml con tubo de desprendimiento lateral, de la forma y dimensiones que se indican en la Figura 723 - 1.

- 4.2 Condensador** – Un dispositivo de condensación estándar con camisa de vidrio de 200 a 300 mm de largo y con un tubo de condensación de 450 ± 10 mm de longitud total. (Ver Figura 723 - 3).
- 4.3 Adaptador de vidrio de pared gruesa (1 mm)** – Una alargadera acondicionada, de paredes gruesas y borde reforzado, que tenga un ángulo de unos 105° , con un diámetro de unos 18 mm en su boca superior, y no menor de 5 mm en su boca de salida. La superficie inferior del adaptador debe tener una curvatura suave descendente en todo su recorrido. La línea inferior de la boca de salida será vertical, terminando con un orificio cortado en bisel formando un ángulo de $45 \pm 5^\circ$ con la vertical.
- 4.4 Protector** – Un protector circular de acero, forrado con un material aislante incombustible de 3 mm de espesor y provisto de ventanas rectangulares de mica transparente, con la forma y dimensiones que se muestran en la Figura 723 - 2. Este dispositivo sirve para proteger el matraz de las corrientes de aire y reducir la radiación. La tapa, dividida en dos partes, va cubierta interiormente con una lámina de material aislante incombustible de 6.4 mm de espesor.

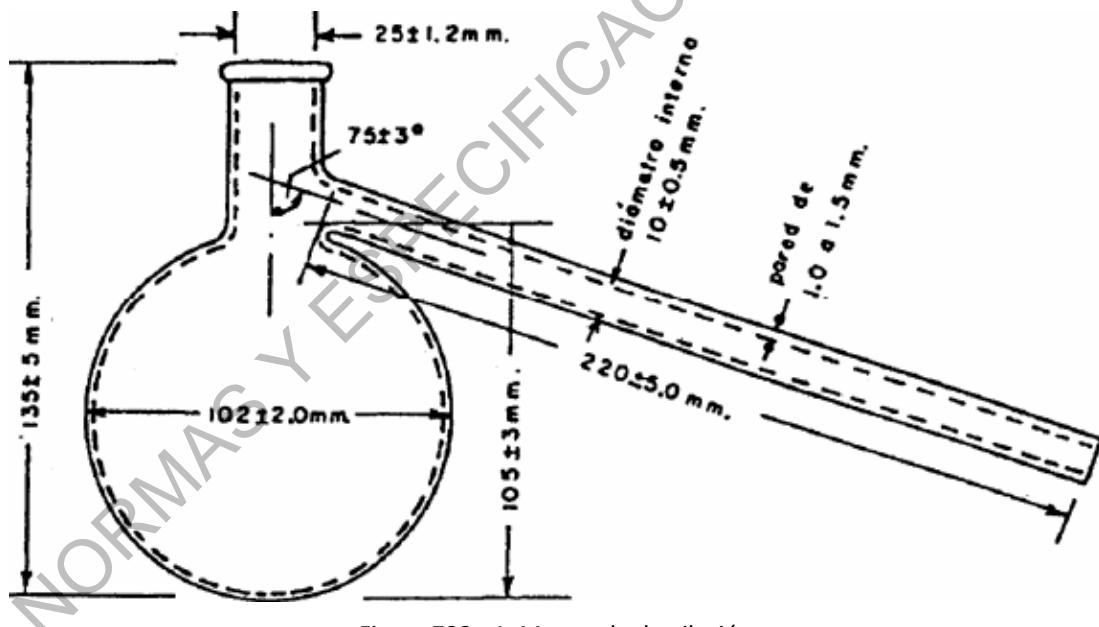


Figura 723 - 1. Matraz de destilación

- 4.5 Protector y soporte para el matraz** – Dos hojas de malla de alambre cromel (aleación de cromo y níquel) 16, de 15 cm de lado, sobre un aro o trípode.
- 4.6 Fuente de calor:**

- 4.6.1** Mechero de gas ajustable tipo Tirrill o equivalente.
- 4.6.2** Una fuente eléctrica de calor con transformador capaz de controlar de 0 a 750 W. El escudo y soporte de la fuente de calor debe ser de material refractario con una abertura de 79 mm y con su superficie superior biselada a 86 mm para acomodar el matraz especificado de 500 ml. Cuando el matraz se coloca sobre el refractario, debe quedar una distancia aproximada de 3 mm entre el fondo del matraz y el elemento de calentamiento.
- 4.7** *Colector* – Probeta de vidrio de 100 ml, graduada en ml, de diámetro uniforme, con una altura total comprendida entre 250 y 260 mm. Se pueden utilizar, también, probetas cónico-cilíndricas con capacidades de 25, 50, y 100 ml, con la forma y dimensiones indicas en la Figura 723 - 4.
- Nota 1: Cuando los volúmenes de destilado total esperados sean bajos, se pueden utilizar probetas de menor capacidad que tengan divisiones de 0.1 ml, si se requiere una exactitud elevada.*
- 4.8** *Recipiente para el residuo* – Una caja metálica sin costuras, con tapa de presión, de 75 ± 5 mm de diámetro y 55 ± 5 mm de altura.
- 4.9** *Balanza* – Con una sensibilidad de 0.1 g y de capacidad adecuada.
- 4.10** *Termómetro* – Un termómetro para destilación a altas temperaturas, de las siguientes características:

| REFERENCIA ASTM | ESCALA °C | GRADUACIONES °C | LONGITUD TOTAL mm | ERROR MÁXIMO °C |
|--------------------|--------------|--------------------|-------------------------|-----------------------|
| 8C | -2 a 400 | 1 | 386 | 1 |

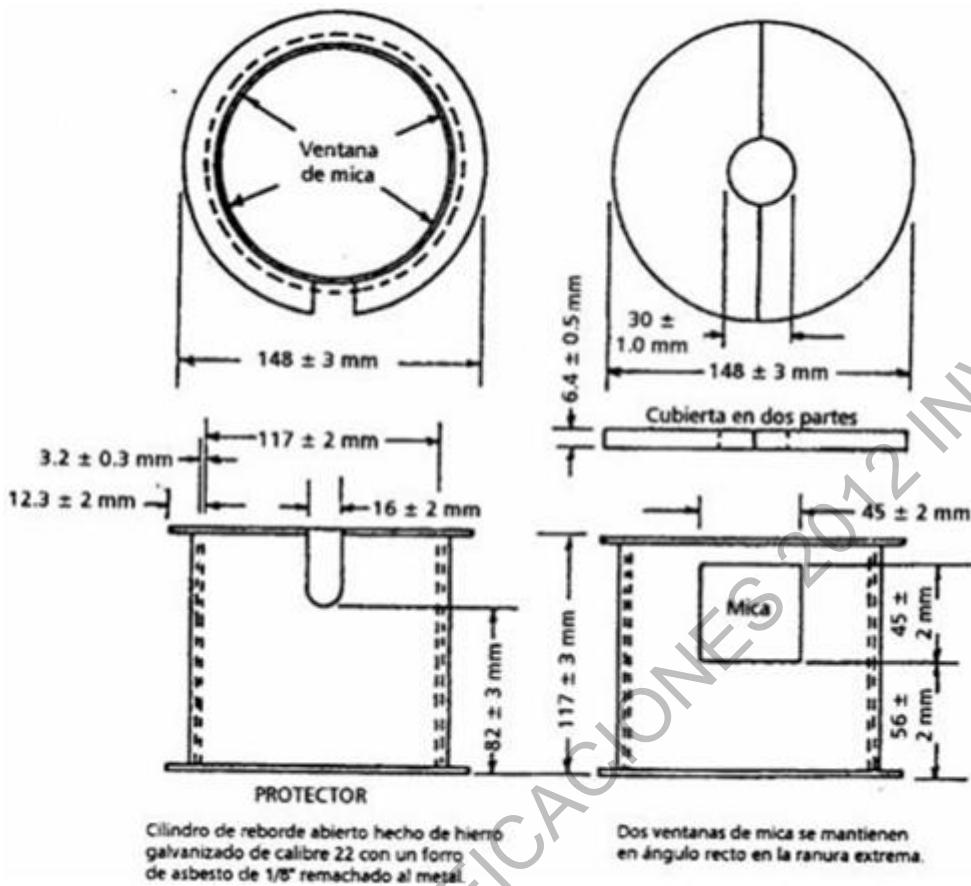


Figura 723 - 2. Protector

5 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- 5.1 La muestra del asfalto líquido se agita completamente para conseguir su homogeneidad, calentándola si fuere necesario, antes de separar de ella la porción para el ensayo.
- 5.2 Si la muestra contiene una cantidad de agua suficiente como para producir espuma o una ebullición violenta durante el calentamiento, se deben deshidratar por lo menos 250 ml del material antes proceder a tomar la porción para la destilación, calentándolos hasta que haya cesado la formación de espuma, en un matraz de destilación con la capacidad suficiente para evitar que la espuma pueda alcanzar la salida del tubo lateral. Si se ha destilado algún aceite ligero, se separa y se devuelve al matraz donde la muestra se habrá enfriado lo suficiente para prevenir la pérdida de volátiles. Se mezcla completamente el contenido del matraz y se toma de allí la porción de

material para el ensayo. Un procedimiento alternativo para deshidratar la muestra se describe en la norma ASTM D 370.

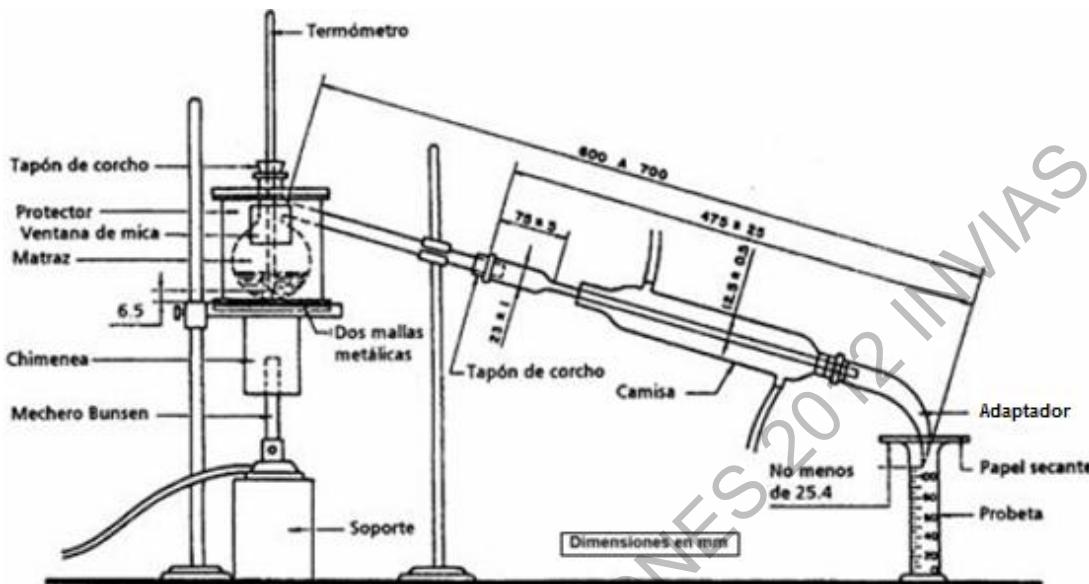


Figura 723 - 3. Montaje del aparato de destilación

6 MONTAJE DEL APARATO

- 6.1 Se calcula la masa de 200 ml de muestra, a partir de su gravedad específica a 15.6/15.6° C. Se pesa esta cantidad ± 0.5 g dentro del matraz de 500 ml.
- 6.2 El matraz, rodeado por el protector, se coloca sobre el trípode o soporte intercalando dos hojas metálicas de malla de alambre cromel como se muestra en la Figura 723 - 3. Se conecta el refrigerante al tubo lateral por medio de un corcho que cierre herméticamente y, entonces, se sujetá firmemente al refrigerante, debiendo quedar vertical el eje del cuello. Finalmente, se ajusta herméticamente el adaptador de vidrio al otro extremo del refrigerante con otro corcho hermético, debiendo quedar una distancia de 650 ± 50 mm entre el cuello del matraz y el extremo del adaptador (ver Figura 723 - 3).
- 6.3 Se inserta el termómetro a través de un tapón de corcho, de manera que la parte inferior del bulbo quede a 6 mm del fondo del matraz. Para ajustar esta distancia, se introduce el termómetro hasta que su bulbo toque el fondo del matraz, estimando entonces sobre su vástago la distancia que se debe subir.
- 6.4 Se coloca el mechero, protegiéndolo de las corrientes de aire con un protector o una chimenea metálica, y se coloca el colector de solventes apropiado. Se

introduce el extremo del adaptador de vidrio en el colector no menos de 25 mm, pero sin llegar alcanzar el nivel de la máxima graduación (100 ml). El colector se deberá tapar durante la destilación con un papel secante convenientemente lastrado y cortado de manera que el adaptador quede perfectamente ajustado en él (Figura 723 - 3).

- 6.5** El matraz, el condensador, el adaptador y el recipiente colector deben estar limpios y secos antes de proceder a la destilación. El recipiente que va a recibir el residuo (ver numeral 4.8) se coloca sobre su tapa, en un área libre de corrientes de aire.
- 6.6** Se hace pasar agua fría a través de la camisa del condensador. Si fuese necesario, se empleará agua tibia para evitar la formación de un condensado sólido en el condensador.

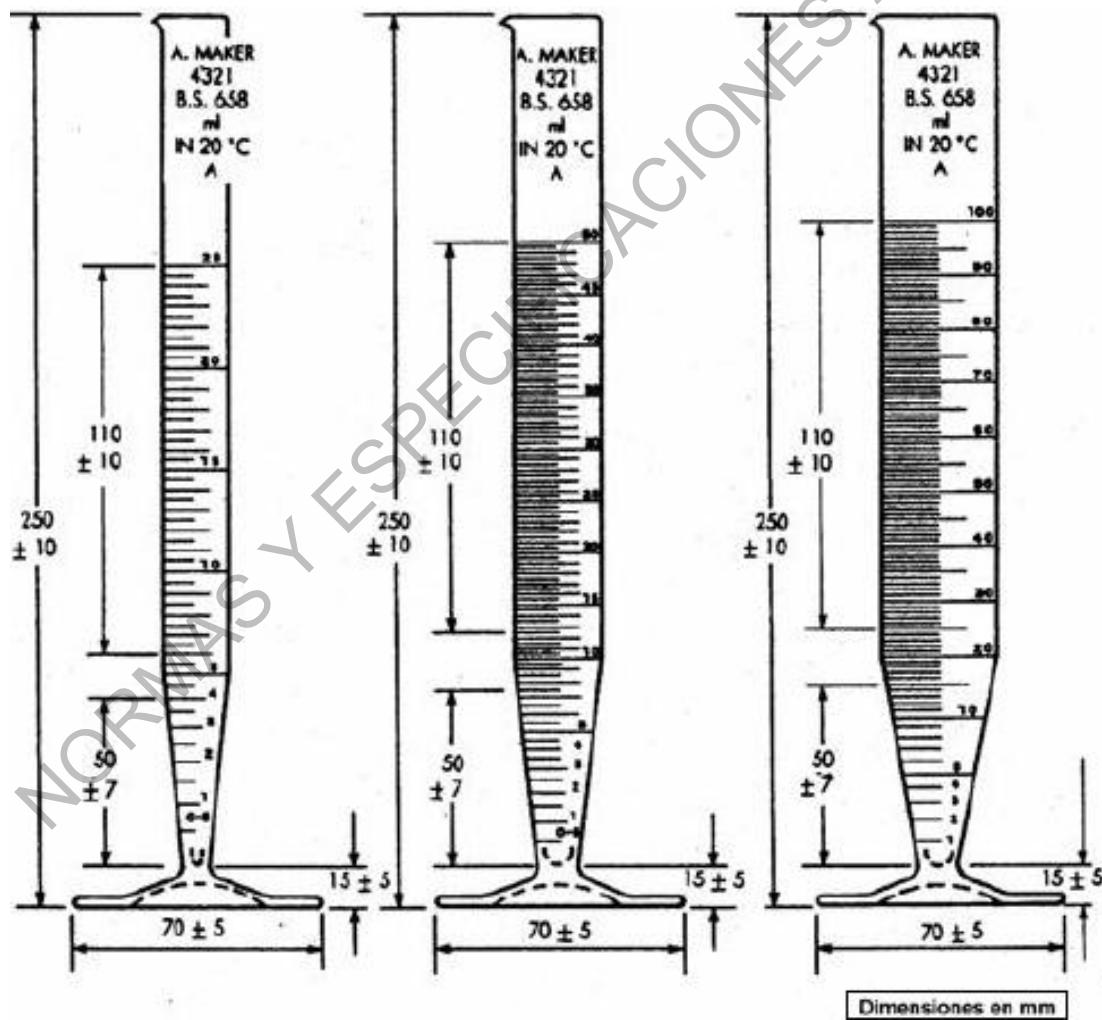


Figura 723 - 4. Probetas cónico-cilíndricas

7 PROCEDIMIENTO

- 7.1** Se deben corregir las temperaturas que vayan a ser controladas durante la destilación, si la altura del lugar donde está ubicado el laboratorio en el cual se va a efectuar el ensayo es igual o mayor de 150 m sobre el nivel del mar (Tabla 723 - 1). Si se conoce la presión barométrica prevaleciente, en mm de mercurio, es preferible corregir la temperatura con los factores presentados en la Tabla 723 - 2. No se deben realizar correcciones a causa de la parte no sumergida del vástago del termómetro.
- 7.2** Se aplica el calor, regulándolo de forma que la primera gota de destilado tarde en caer desde el extremo del tubo lateral del matraz, entre 5 y 15 minutos después del inicio del calentamiento. La velocidad de destilación, medida en gotas caídas desde la punta del adaptador, deberá ser la siguiente:
- Hasta 260° C, de 50 a 70 gotas por minuto;
 - Entre 260° C y 316° C, de 20 a 70 gotas por minuto;
 - No se deberá tardar más de 10 minutos en terminar la destilación desde 316 hasta 360° C.
- 7.2.1** El destilado se recoge en la probeta y se va tomando nota de los volúmenes destilados, con aproximación a 0.5 ml, a las temperaturas corregidas que se especifican más adelante. Si el volumen de destilado fuera escaso o crítico, se deben usar probetas colectoras con divisiones cada 0.1 ml sumergiéndolas, si fuera preciso, en un baño transparente con agua a $15.6 \pm 3^\circ \text{C}$.
- Nota 2: Algunos asfaltos líquidos no producen destilados, o éstos aparecen sólo a la temperatura de 316 ° C. Como en estos casos es evidente que no se puede cumplir con las velocidades de destilación indicadas en el numeral 7.2, bastará con que la velocidad de elevación de la temperatura no exceda de 5° C/minuto.*
- 7.3** Cuando se alcance la temperatura corregida de 360° C, se apaga la fuente de calor y se desmonta el matraz junto con el termómetro. Se inclina el matraz en posición de verter, se retira el termómetro e inmediatamente se vierte el residuo en el recipiente metálico. El tiempo total empleado desde cuando se apaga la llama hasta cuando se comienza a verter el residuo, deberá ser menor de 60 segundos. Cuando está vertiendo, el tubo de desprendimiento del matraz se deberá mantener en posición prácticamente horizontal, para evitar que el condensado contenido en él se pueda incorporar al residuo.

Nota 3: La formación de una costra en la superficie del residuo durante el enfriamiento puede originar la captura de vapores que se condensarán, produciendo un aumento en la penetración. Esta película se puede remover cuidadosamente mediante una espátula, con un mínimo de perturbación en la muestra.

- 7.4** Despues de esperar que escurran todos los destilados que queden en el tubo del condensador, se tomará nota del volumen total destilado a 360° C.

Tabla 723 - 1. Temperaturas corregidas por altura sobre el nivel del mar

| ALTURA SOBRE EL NIVEL DEL MAR (m) | TEMPERATURAS PARA MEDIR LA DESTILACIÓN A DIFERENTES ALTITUDES (° C) | | | | |
|-----------------------------------|---|-----|-----|-----|-----|
| -300 | 192 | 227 | 262 | 318 | 362 |
| -150 | 191 | 226 | 261 | 317 | 361 |
| 0 | 190 | 225 | 260 | 316 | 360 |
| 150 | 189 | 224 | 259 | 315 | 359 |
| 300 | 189 | 224 | 258 | 314 | 358 |
| 450 | 188 | 223 | 257 | 313 | 357 |
| 600 | 187 | 222 | 257 | 312 | 356 |
| 750 | 186 | 221 | 256 | 311 | 355 |
| 900 | 186 | 220 | 255 | 311 | 354 |
| 1050 | 185 | 220 | 254 | 310 | 353 |
| 1200 | 184 | 219 | 254 | 309 | 352 |
| 1350 | 184 | 218 | 253 | 308 | 351 |
| 1500 | 183 | 218 | 252 | 307 | 351 |
| 1650 | 182 | 217 | 251 | 306 | 350 |
| 1800 | 182 | 216 | 250 | 306 | 349 |
| 1950 | 181 | 215 | 250 | 305 | 348 |
| 2100 | 180 | 215 | 249 | 304 | 347 |
| 2250 | 180 | 214 | 248 | 303 | 346 |
| 2400 | 179 | 214 | 248 | 303 | 346 |

- 7.5** El residuo se deja enfriar en su recipiente hasta que cese el desprendimiento de vapores. Entonces, se agita completamente para homogeneizarlo y, luego, cuando alcance $135 \pm 5^\circ C$, se vierte dentro de los recipientes y moldes adecuados para realizar las pruebas prescritas al residuo, como penetración, viscosidad o punto de ablandamiento y se procede a la ejecución de ellas.

- 7.6** Si se desea, el destilado o la combinación de destilados para varias pruebas, se puede someter a otra destilación de acuerdo con la norma ASTM D 86 o el método C.O.3, si el destilado proviene de alquitrán.

Tabla 723 - 2. Factores para calcular correcciones de temperatura

| TEMPERATURAS NOMINALES (° C) | CORRECCIÓN POR 10 mm Hg DE DIFERENCIA DE PRESIÓN ^A (° C) |
|------------------------------|---|
| 160 | 0.514 |
| 175 | 0.531 |
| 190 | 0.549 |
| 225 | 0.591 |
| 250 | 0.620 |
| 260 | 0.632 |
| 275 | 0.650 |
| 300 | 0.680 |
| 315.6 | 0.698 |
| 325 | 0.709 |
| 360 | 0.751 |

^A Se deberá restar en caso de que la presión barométrica esté por debajo de 760 mm Hg; y se deberá sumar cuando la presión barométrica se halle por encima de 760 mm Hg

8 RESULTADOS E INFORME

- 8.1** *Residuo asfáltico* – Se calcula el porcentaje de residuo, redondeado a 0.1, en la siguiente forma:

$$R = \left[\frac{(200 - DT)}{200} \right] \times 100 \quad [723.1]$$

Donde: R: Residuo, % en volumen;

DT: Destilado total recobrado a 360° C, ml;

- 8.1.1** Se reporta este resultado como el residuo de destilación a 360° C, expresado en porcentaje de volumen por diferencia.

- 8.2** *Destilado total* – Se calcula el porcentaje total destilado, redondeado a 0.1, así:

$$DT (\%) = \left[\frac{DT}{200} \right] \times 100 \quad [723.2]$$

- 8.2.1** Se reporta este resultado como el total destilado a 360° C (680° F), en porcentaje del volumen total de la muestra.

8.3 *Fracciones de destilado sobre la muestra original:*

- 8.3.1** Se determinan los porcentajes de destilados en volumen respecto del volumen de la muestra original, dividiendo entre 2 el volumen observado (en ml) de cada fracción. Se reportan estos resultados, redondeados al 0.1 más cercano, como porcentajes en volumen, a las siguientes temperaturas:

Hasta 190° C
Hasta 225° C
Hasta 260° C
Hasta 316° C

8.4 *Fracciones de destilado sobre el destilado total:*

- 8.4.1** Se determinan los porcentajes en volumen respecto del volumen del destilado total, dividiendo el volumen observado (en ml) de cada fracción, entre los ml recuperados hasta 360° C y multiplicando por 100. Se reportan estos resultados, redondeados al 0.1 más próximo, como porcentajes en volumen de las fracciones del destilado total hasta 360° C, así:

Hasta 190° C
Hasta 225° C
Hasta 260° C
Hasta 316° C

- 8.5** Cuando se lleven a cabo ensayos de penetración, viscosidad u otros sobre el residuo obtenido de este ensayo, se deberá hacer la referencia correspondiente; Por ejemplo, “penetración sobre el residuo de destilación”.

9 PRECISIÓN Y SESGO

- 9.1** *Precisión* – Para juzgar la aceptación de los resultados (95 % de probabilidad), se deberá aplicar el siguiente criterio:

- 9.1.1 Repetibilidad** – Los resultados de ensayos realizados por duplicado por un mismo operador y con el mismo equipo sobre una misma muestra, se considerarán sospechosos si difieren en más del 1 % en volumen de la muestra original.
- 9.1.2 Reproducibilidad** – Los resultados de dos ensayos efectuados en laboratorios distintos, sobre una muestra de la misma procedencia, se consideran sospechosos si difieren entre ellos más de lo siguiente:
- Fracciones destiladas, en porcentaje del volumen total de la muestra original: (1) hasta 175° C, 3.5 %; (2) por encima de 175° C, 2.0 %
 - Residuo de destilación a 360° C (680° F), en porcentaje del volumen total de la muestra: 2.0 %
- 9.2 Sesgo** – Aún no han sido determinados los criterios para juzgar la variabilidad de resultados de porcentajes de destilados a las diferentes temperaturas, con respecto al volumen total destilado en la prueba.

10 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM D 402 – 08

ANEXO A (Informativo)

EJEMPLO DE UTILIZACIÓN DE LA Tabla 723 - 2

A.1 Ejemplo – Hallar la corrección que se debe hacer a una temperatura nominal de observación de 260 °C, en un ensayo de destilación realizado en un laboratorio donde la presión barométrica es 748 mm Hg.

- A.1.1** Según la Tabla 723 - 2, para una temperatura nominal de 260° C, se debe aplicar una corrección de 0.632, por cada 10 mm de diferencia de presión en relación con 760 mm Hg.
- A.1.2** Como la diferencia entre 748 y 760 es 12° C, la corrección por aplicar será $0.632 \times (12/10) = 0.758$.

A.1.3 Como 748 es menor que 760, el valor de la corrección se deberá restar y, por lo tanto, la temperatura corregida será $260 - 0.758 = 259.242^\circ\text{C}$.

A.1.4 El valor calculado se redondea al entero más cercano (259°C).

NORMAS Y ESPECIFICACIONES 2012 INVIAIS