

DESTILACIÓN DE EMULSIONES ASFÁLTICAS

INV E – 762 – 13

1 OBJETO

- 1.1 Esta norma de ensayo se refiere a la determinación cuantitativa del residuo asfáltico y del aceite destilado de emulsiones asfálticas compuestas principalmente por una base de asfalto semisólido o líquido, agua y un agente emulsificante.
- 1.2 Esta norma reemplaza la norma INV E-762-07.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

- 2.1 Se calienta una muestra de la emulsión asfáltica en un matraz de destilación de aleación de aluminio a $260 \pm 5^\circ C$, y se miden los volúmenes obtenidos de agua y de destilado. De ser necesario, el residuo de la destilación, así como cualquier porción aceitosa del destilado, se pueden someter a ensayos posteriores.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1 Este ensayo se usa para determinar cuantitativamente el residuo y los destilados aceitosos de las emulsiones asfálticas, tanto para verificar el cumplimiento de la especificación aplicable, como para evaluar la emulsión en servicio, para el control de calidad y para la investigación. También, para obtener el residuo y el destilado aceitoso para la ejecución de ensayos posteriores. El método no es apropiado sobre emulsiones que contengan látex o polímeros, aunque algunas agencias lo utilizan, estipulando temperaturas de destilación más bajas. Si esto último ocurre, las declaraciones sobre precisión y sesgo incluidas en esta norma no son aplicables.

4 APARATOS

- 4.1 *Matraz de una aleación de aluminio (alambique)* – Con tapa y abrazaderas como se detalla en la Figura 762 - 1, de aproximadamente 241.3 mm (9 $\frac{1}{2}$ ") de

altura y 95.3 mm (3 $\frac{3}{4}$ "") de diámetro interior. Las dimensiones del aparato no son críticas para el ensayo y las mostradas en la Figura 762 - 1 tienen únicamente carácter referencial.

Nota 1: Se puede aceptar el uso de un alambique de hierro.

- 4.2 Empaque** – Para sellar el alambique, se puede emplear cualquier empaque que resista la máxima temperatura alcanzada durante el proceso de destilación.

Nota 2: El uso del empaque se vuelve opcional si la junta se puede ajustar herméticamente o si solamente se requiere recuperar el residuo, sin ser necesario el ensayo posterior del agua o del aceite destilado.

- 4.3 Fuentes de calor** – Mechero anular de diámetro interno 121 mm (4 $\frac{3}{4}$ "") con orificios en su periferia interior y tres pinos espaciadores para fijarlo alrededor de la parte exterior del matraz, como se muestra en la Figura 762 - 2. Las dimensiones del aparato no son críticas para el ensayo y las mostradas en la Figura 762 - 2 tienen únicamente carácter referencial.

Nota 3: El empleo de un mechero Bunsen con extremo alado, como se muestra en la Figura 762 - 3, es optativo

- 4.4 Elementos de conexión** – Un tubo de desprendimiento de vidrio o metal de diámetro aproximado de 12 mm, con una protección metálica (Ver Figura 762 - 3), y un condensador de vidrio, de enfriamiento con agua, con una camisa metálica o de vidrio de borosilicato. Si el tubo de desprendimiento es metálico, se puede asegurar a la tapa del matraz de destilación por medio de un ajuste de compresión. Si es de vidrio, se puede asegurar por medio de un tapón de corcho o de silicona. Se pueden emplear otros condensadores de 12 mm de vidrio o metal, siempre que su longitud húmeda tenga entre 400 y 500 mm. Las dimensiones mostradas en la Figura 762 - 3 tienen únicamente carácter referencial.

- 4.5 Probeta** – Una probeta de 100 ml de capacidad, con graduaciones cada 1 ml.

- 4.6 Termómetro** – De baja destilación, con las siguientes características principales:

REFERENCIA	ASTM 7C	ASTM 7F
RANGO	-2°C a 300°C	30°F a 580°F
GRADUACIONES	1°C	2°F
LONGITUD TOTAL	386 mm	15 $\frac{1}{4}$ "
INMERSIÓN	Total	Total

- 4.7 Tamiz** – Con aberturas de 300 μm (No. 50).

4.8 Balanza – Capaz de pesar 3500 g con una precisión de ± 0.1 g.

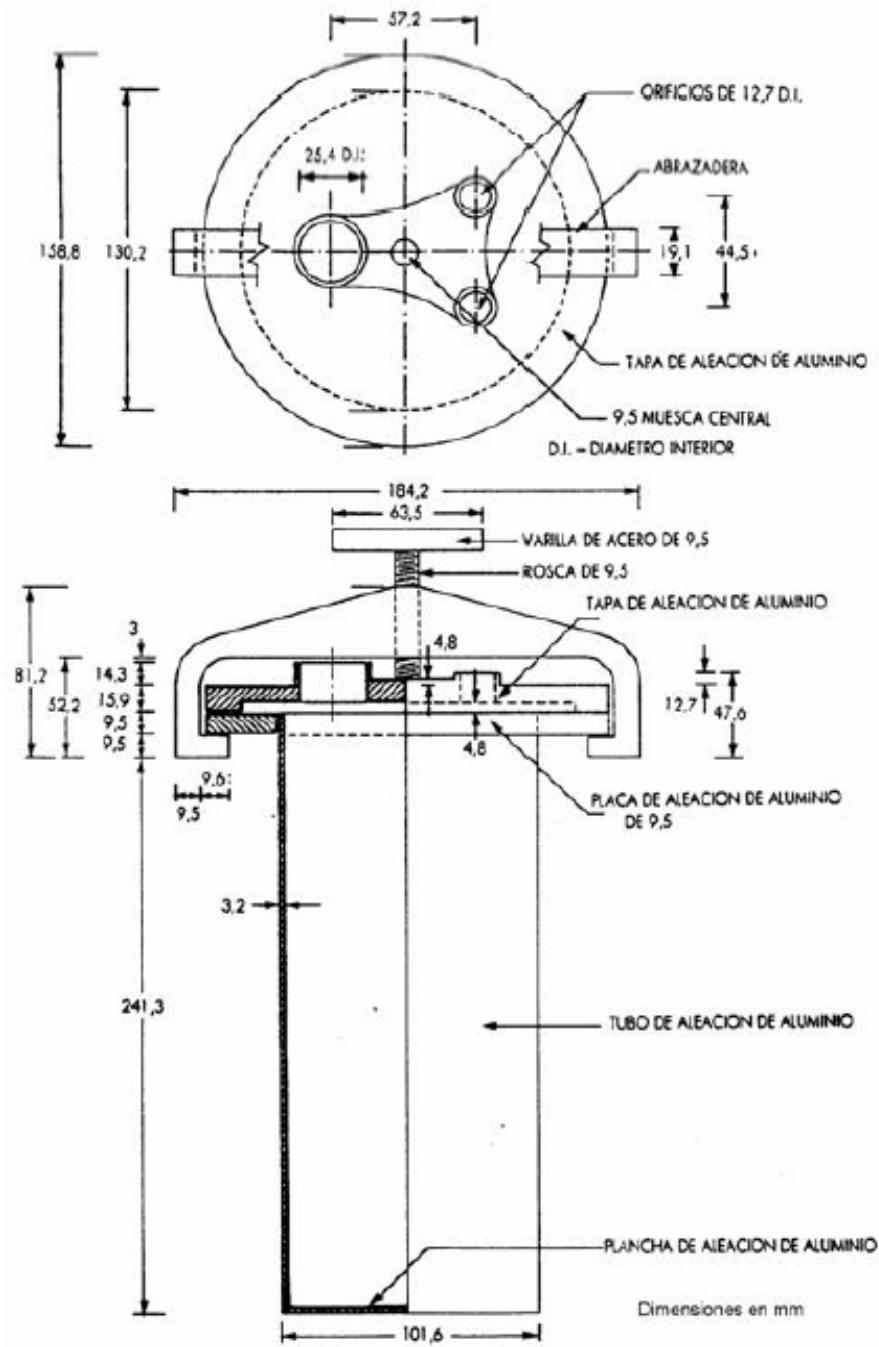


Figura 762 - 1. Matraz de destilación de aleación de aluminio

4.9 *Tapones* – De corcho o silicona, para sellar los orificios de la tapa del matraz, mantener el termómetro en posición y asegurar el tubo de desprendimiento a la tapa.

- 4.10 Tubos de caucho** – Resistentes al calor y de tamaño adecuado para asegurar la junta de vidrio del tubo de desprendimiento con el condensador.

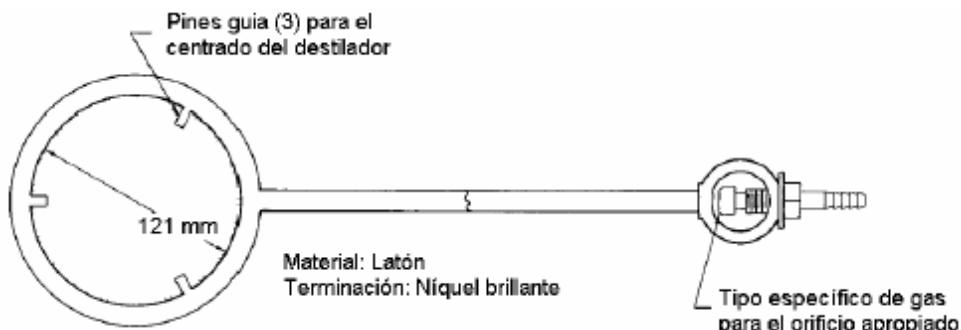


Figura 762 - 2. Mechero anular de 121 mm (4 3/4") de diámetro interior

5 ACONDICIONAMIENTO DE LA MUESTRA PARA ENSAYO

- 5.1** Antes del ensayo, todas las muestras de emulsión asfáltica se deben agitar para lograr su homogeneidad.
- 5.2** Las emulsiones cuya viscosidad se deba verificar a 50° C se deberán calentar a $50 \pm 3^\circ \text{ C}$ en su recipiente original, dentro de un baño de agua o un horno. El recipiente deberá estar ventilado para aliviar la presión. Luego de alcanzar los $50 \pm 3^\circ \text{ C}$, la muestra se agita para homogeneizarla.
- 5.3** Las emulsiones cuya viscosidad se deba verificar a 25° C se deberán acondicionar a $25 \pm 3^\circ \text{ C}$ en su recipiente original. Luego de alcanzar esta temperatura, la muestra se agita para homogeneizarla.
- 5.4** Cuando la muestra de emulsión a ensayar provenga de un tanque de almacenamiento, se deberá ensayar a la temperatura usada para el almacenamiento, no requiriéndose el acondicionamiento descrito en los numerales 5.2 y 5.3.

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1** Se monta el aparato conforme se indica en la Figura 762 - 3, cuidando que todas las conexiones queden bien ajustadas.

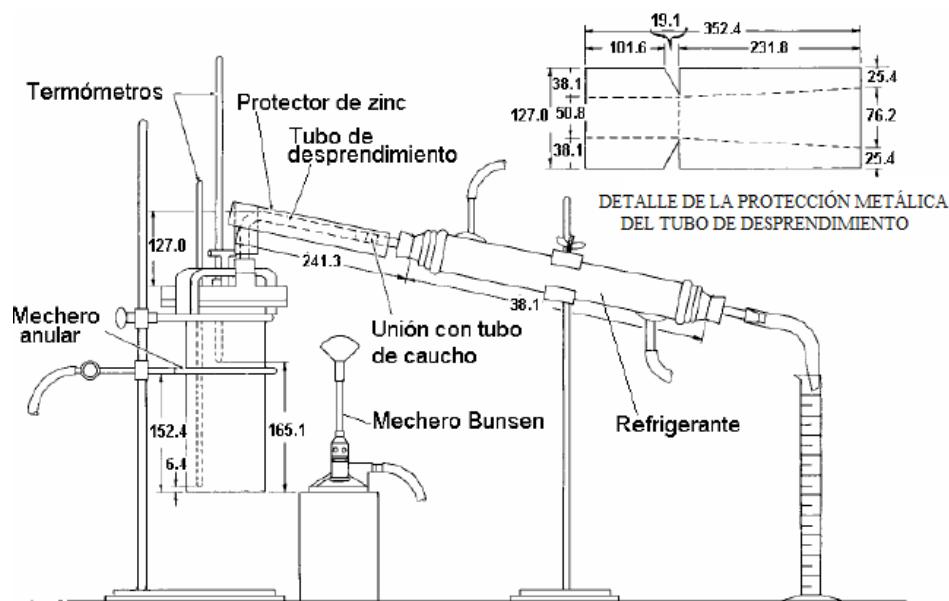


Figura 762 - 3. Esquema del equipo para el ensayo de destilación de emulsiones asfálticas



Figura 762 - 4. Equipo para el ensayo de destilación de emulsiones asfálticas

- 6.2** Se pesan 200 ± 0.1 g de la emulsión en el matraz de destilación previamente tarado. En el tarado se deben incluir el matraz, la tapa, la abrazadera, los termómetros, los tapones y el empaque (si se usa).

Nota 4: Si se necesita una cantidad adicional de residuo para ensayos posteriores, se debe usar una muestra mayor, generalmente entre 200 y 300 g. Esta masa se deberá anotar y usar en los cálculos que se describen en los numerales 7.1 y 7.2. Se debe tener en cuenta que los datos de precisión de este método de ensayo (numeral 8.1) se determinaron usando muestras de 200 g, razón por la cual pueden resultar inaplicables para otros tamaños de muestras.

- 6.3** Se aprieta firmemente la tapa sobre el matraz. Si se usa el empaque, éste se debe colocar entre el matraz y la tapa antes de apretarla.

- 6.4** Se inserta el termómetro, primero a través del tapón y luego en uno de los pequeños orificios de la tapa. El otro orificio se deberá sellar con un tapón. Se ajusta el termómetro de manera que la parte inferior de su bulbo quede a una distancia aproximada de 6 mm del fondo del matraz.

Nota 5: Se puede usar otro termómetro en el segundo agujero de la tapa, con el bulbo colocado a una distancia aproximada de 165 mm (6 1/2") del fondo del matraz de destilación. Un cambio súbito en el registro de este termómetro indica la formación de espuma. Si esto sucede, se remueve la fuente de calor hasta que cese la espuma.

- 6.5** Se coloca el mechero anular alrededor del alambique, aproximadamente a 150 mm (6") de su fondo. Se enciende el mechero y se ajusta de manera deobtener una llama pequeña. También, se calienta el tubo de desprendimiento con el mechero Bunsen, para evitar que el agua se condense en el tubo.

Nota 6: El uso del mechero Bunsen es opcional.

- 6.6** Cuando la temperatura alcance aproximadamente 215° C (420° F), se desciende el mechero anular hasta una posición a nivel del fondo del alambique. Se eleva la temperatura hasta $260 \pm 5^\circ \text{C}$ ($500 \pm 10^\circ \text{F}$) y se mantiene durante 15 minutos. La destilación se debe completar en un lapso de 60 ± 15 minutos a partir del inicio de la aplicación de calor.

Nota 7: Se puede elevar la posición del mechero anular para reducir el riesgo de formación de espuma, o descenderla hasta la parte media del matraz, cuando se ensayan emulsiones que no contengan solventes. El mechero se puede descender gradualmente a medida que avanza la destilación, para asegurar el cumplimiento de las exigencias sobre tiempo de esta norma. También, resulta aceptable el uso de dos mecheros anulares fijos en lugar de uno solo móvil. Si se usa el segundo mechero, solamente uno estará en operación en cada instante de la destilación.

- 6.7** Inmediatamente después de terminado el período de calentamiento, se apaga la llama y se mide la masa del matraz de destilación con sus accesorios, tal como se describe en el numeral 6.2. Debido al empuje del aire a 260° C, el matraz de aleación de aluminio pesa a dicha temperatura 1.5 g menos que a temperatura ambiente. Para corregir este error, se añaden 1.5 g a la masa obtenida al final del ensayo, antes de calcular el porcentaje de residuo por destilación. El porcentaje de residuo por destilación se calcula como se indica en el numeral 7.1. El volumen de aceite destilado se debe anotar con aproximación a 0.5 ml. El volumen de aceite destilado se calcula como porcentaje de la masa de la muestra de emulsión utilizada, como se indica enel numeral 7.2.

- 6.8** Se mueve el matraz agitando el residuo con suavidad. Esto se puede hacer con un movimiento en forma de remolino o simplemente revolviendo con una varilla larga de vidrio o metálica, para obtener una consistencia uniforme del material antes de verterlo en otro recipiente. Se quita la tapa del matraz e

inmediatamente se pasa el residuo a los recipientes o moldes requeridos para realizar los ensayos pertinentes. Si se advierte o sospecha la existencia de material extraño dentro del residuo, éste se deberá pasar a través del tamiz de 300 μm (No. 50) antes verterlo en los recipientes o moldes.

7 CÁLCULOS

7.1 El porcentaje de residuo por destilación se calcula con la fórmula:

$$\text{Residuo, \%} = \frac{B - A}{C} \times 100 \quad [762.1]$$

Donde: A: Masa del matraz de destilación (alambique) y accesorios, antes del ensayo (numeral 6.2);
 B: Masa del matraz de destilación (alambique) y accesorios, después del ensayo y agregándole 1.5 g (numeral 6.7);
 C: Masa de la emulsión añadida al matraz de destilación.

7.2 El porcentaje de aceite destilado, se calcula redondeado a 0.1 %, empleando la siguiente expresión:

$$\text{Aceite destilado, \%} = \frac{V}{C} \times 100 \quad [762.2]$$

Donde: V: Volumen de aceite destilado (aproximado a 0.5 ml).

8 PRECISIÓN Y SESGO

8.1 *Precisión* – Se pueden emplear los siguientes criterios para juzgar la aceptabilidad de los resultados, con el 95 % de probabilidad.

8.1.1 Los resultados obtenidos por duplicado por el mismo operador se considerarán satisfactorios si no difieren en más de las siguientes cantidades:

RESIDUO POR DESTILACIÓN, % DE LA MASA	REPETIBILIDAD, % DE LA MASA
50 – 70	1.0

- 8.1.2** Los resultados obtenidos por dos laboratorios se considerarán satisfactorios si no difieren en más de las siguientes cantidades:

RESIDUO POR DESTILACIÓN, % DE LA MASA	REPETIBILIDAD, % DE LA MASA
50 – 70	2.0

- 8.2** *Sesgo* – El sesgo de este método de ensayo no se puede determinar, por cuanto no hay ningún material disponible con un valor de referencia aceptado.

9 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM D 6997 –12