

DEMULSIBILIDAD DE LAS EMULSIONES ASFÁLTICAS

INV E – 766 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Esta norma describe el procedimiento que se debe seguir para medir la estabilidad de las emulsiones asfálticas aniónicas y catiónicas, mediante un ensayo de demulsibilidad.
- 1.2** La norma aplica a las emulsiones de rotura rápida y media, valorando la cantidad de material asfáltico que se separa de ellas en las condiciones de ensayo, lo que representa una medida comparativa de su estabilidad.
- 1.3** Esta norma reemplaza la norma INV E-766-07.

2 IMPORTANCIA Y USO

- 2.1** Este ensayo se usa para clasificar o identificar las emulsiones como de rotura rápida o media, midiendo la cantidad de material bituminoso que se separa de la emulsión al emplear cantidades y concentraciones especificadas de una solución de cloruro de calcio para las emulsiones aniónicas y dioctilsulfosuccinato sódico para las catiónicas.

3 EQUIPO Y REACTIVOS

- 3.1** *Tamices* – Tres mallas de tamiz de abertura 1.40 mm (No. 14), sin marco.
- 3.2** *Vasos de precipitados* – Tres vasos metálicos con una capacidad mínima de 300 ml cada uno.
- 3.3** *Varillas* – Tres varillas de metal, con las puntas redondeadas y un diámetro aproximado de 10 mm.
- 3.4** *Bureta* – Una bureta de vidrio de 50 ml de capacidad, graduada en intervalos 0.1 ml.
- 3.5** *Horno* – Un horno provisto de control termostático, capaz de mantener una temperatura de $163 \pm 3^\circ \text{C}$ ($325 \pm 5^\circ \text{F}$).

- 3.6** *Balanza* – Con capacidad de 500 g y exactitud de 0.1 g.
- 3.7** *Solución de cloruro cálcico (0.02 ± 0.001N)* – Formada disolviendo 1.11 g de CaCl₂ en agua destilada o desionizada hasta completar 1 litro. Aunque la solución es estable, se recomienda conservarla en un recipiente hermético cuando no esté en uso.
- 3.8** *Solución de cloruro de calcio (0.1 ± 0.001N)* – Formada disolviendo 5.55 g de CaCl₂ en agua destilada o desionizada hasta completar 1 litro. Aunque la solución es estable, se recomienda conservarla en un recipiente hermético cuando no esté en uso.
- 3.9** *Solución de dioctilsulfosuccinato sódico al 0.8%* – Formada disolviendo 8 g de esta sustancia en 992 g de agua destilada o desionizada. Esta solución es degradable y se debe almacenar dentro de un recipiente oscuro y hermético de plástico o de vidrio, y protegida de la luz cuando no esté en uso.

4 ACONDICIONAMIENTO DE LA MUESTRA PARA EL ENSAYO

- 4.1** Todas las muestras de emulsión se deben agitar antes del ensayo, para obtener homogeneidad.
- 4.2** Las emulsiones a las cuales se les requiera determinar la viscosidad a 50° C, se deberán calentar dentro de un horno o un baño de agua a 50 ± 3° C (122 ± 5° F), manteniéndolas en sus recipientes originales, los cuales deberán ser ventilados para aliviar la presión. Luego de que las muestras alcancen 50 ± 3° C (122 ± 5° F), se deberán agitar para mantener la homogeneidad.
- 4.3** Las emulsiones a las cuales se les requiera determinar la viscosidad a 25° C, se deberán mezclar o agitar a 25 ± 3° C (77 ± 5° F) en sus recipientes originales hasta obtener homogeneidad.

Nota 1: Si es necesario, las emulsiones que se deban ensayar a 25° C se pueden calentar como se indica en el numeral 4.2. Si se usa este procedimiento, la muestra se deberá enfriar posteriormente a 25 ± 3° C (77 ± 5° F), antes de proceder a su ensayo.

5 PROCEDIMIENTO

- 5.1** Previamente a la ejecución del ensayo, se debe determinar el porcentaje de residuo de la emulsión, por medio de los ensayos de destilación o de residuo

por evaporación descritos en las normas INV E-762 o INV E-771, respectivamente.

- 5.2 Se tara cada uno de los conjuntos de vaso de precipitados, varilla y tamiz.
- 5.3 Se pesan 100 ± 0.1 g de la emulsión dentro de cada uno de los tres vasos previamente tarados. La temperatura de la emulsión y del reactivo apropiado, se debe ajustar a $25 \pm 1^\circ \text{C}$ ($77 \pm 1.8^\circ \text{F}$).

Nota 2: La emulsión se debe mantener cubierta durante el periodo de acondicionamiento, para evitar la evaporación del agua que contiene, afectando el residuo de la muestra y, por lo tanto, los resultados del ensayo.

- 5.4 Empleando la bureta, se añade el reactivo al vaso de precipitados durante un período aproximado de 2 minutos, en las siguientes cantidades:
 - 5.4.1 35 ml de solución de cloruro de calcio 0.02 N (1.11 g/l), si la emulsión es aniónica de rotura rápida.
 - 5.4.2 50 ml de cloruro de calcio 0.1 N (5.55 g/l), si la emulsión es aniónica o catiónica de rotura media.
 - 5.4.3 35 ml de dioctilsulfosuccinato sódico al 0.8 %, para emulsiones catiónicas de rotura rápida.
- 5.5 Mientras se está añadiendo la solución, se agita constante y vigorosamente el contenido del vaso, deshaciendo los grumos contra las paredes y procurando que el reactivo y la emulsión se mezclen completamente.
- 5.6 Despues de añadida la solución, se continúa agitando y deshaciendo los grumos durante un período adicional de 2 minutos.
- 5.7 Se coloca cada uno de los tamices sobre un recipiente apropiado y se pasa la mezcla de reactivo y emulsión sin romper a través de cada tamiz. Se añade agua destilada a los vasos que contienen las muestras y se vuelve a remover el contenido de cada uno con su varilla, deshaciendo los grumos de nuevo y filtrando a través de cada tamiz los líquidos de lavado, repitiendo la operación hasta que el agua de lavado pase incolora.
- 5.8 Despues de la operación de lavado, se colocan dentro de los vasos con sus varillas, los tamices con el residuo atrapado en ellos, llevando cada conjunto al horno a $163 \pm 3^\circ \text{C}$ ($325 \pm 5^\circ \text{F}$) durante 1 hora. Se sacan los conjuntos del horno, se permite su enfriamiento a temperatura ambiente y se pesan. Las

operaciones de calentamiento y pesado se repiten hasta que la variación de masa en pesadas sucesivas no excede de 0.1 g.

6 CÁLCULOS

- 6.1 La diferencia entre la masa final de cada conjunto de vaso, varilla, tamiz y residuo (numeral 5.8), y el de su tara correspondiente (numeral 5.2), es la masa del residuo de demulsibilidad. Se calcula el promedio de los tres ensayos realizados.
- 6.2 El resultado del ensayo se denomina demulsibilidad y se expresa como porcentaje sobre el residuo total de la emulsión, como sigue:

$$\text{Demulsibilidad, \%} = \frac{A}{B} \times 100 \quad [736.1]$$

Donde: A: Masa promedio del residuo de demulsibilidad, g;

B: Masa de residuo en 100 g de la emulsión asfáltica ensayada, g.

7 PRECISIÓN Y SESGO

- 7.1 *Precisión* – Se deberá emplear el siguiente criterio para juzgar la aceptabilidad de los resultados para emulsiones de rotura rápida, con probabilidad del 95 %:

- 7.1.1 *Repetibilidad* – Ensayos duplicados realizados por el mismo operador se considerarán aceptables, si no difieren en más de la siguiente cantidad:

DEMULSIBILIDAD % EN MASA	REPETIBILIDAD % DE LA MEDIA
30 a 100	5

- 7.1.2 *Reproducibilidad* – Ensayos realizados sobre una muestra igual en dos laboratorios diferentes se considerarán aceptables, si no difieren en más de las siguientes cantidades:

DEMULSIBILIDAD % EN MASA	REPRODUCIBILIDAD % DE LA MEDIA
30 a 100	30

Nota 3: Esta información sobre precisión no aplica cuando se use la solución de dioctilsulfosuccinato sódico para ensayar emulsiones catiónicas de rotura rápida.

- 7.2 Sesgo** – El sesgo de este método de ensayo no se puede determinar, por cuanto no se dispone de un material que presente un valor de referencia aceptable.

8 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM D 6936

– 09NLT

141/99