

SOLUBILIDAD DE MATERIALES ASFÁLTICOS EN TRICLOROETILENO

INV E – 713 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Esta norma de ensayo se refiere a la determinación del grado de solubilidad en tricloroetileno de materiales asfálticos que tengan poco o ningún material mineral.

Nota1: Esta norma no es aplicable ni a alquitranes ni a sus residuos de destilación, como tampoco a derivados de petróleo altamente craqueados.

- 1.2** Esta norma reemplaza la norma INV E-713-07.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

- 2.1** La muestra se disuelve en tricloroetileno y se pasa a través de una almohadilla de fibra de vidrio. El material insoluble se lava, se seca y se pesa.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1** Este método es una medida de la solubilidad del asfalto en tricloroetileno. La parte que es soluble representa los constituyentes cementantes activos del asfalto.

4 EQUIPO

- 4.1** El conjunto del aparato filtrante mostrado en la Figura 713 - 1, está compuesto por los siguientes elementos:

- 4.1.1** *Crisol Gooch* – Esmaltado interior y exteriormente con excepción del fondo exterior, con las siguientes dimensiones aproximadas: diámetro de 44 mm en la boca superior, ahusado hasta un diámetro de 36 mm en el fondo, y profundidad de 20 a 30 mm.

- 4.1.2** *Almohadilla de fibra de vidrio* – De 32 a 34 mm de diámetro, de porosidad fina, baja velocidad de flujo y retención de partículas de 1.5 μm .
- 4.1.3** *Matraz de vidrio (kitasato)* – De paredes resistentes, de 250 o 500 ml de capacidad, con tubo de desprendimiento.
- 4.1.4** *Alargadera para el crisol Gooch* – De 40 a 42 mm de diámetro interior.
- 4.1.5** *Tubo o adaptador de caucho* – Para sostener el crisol sobre la alargadera.

Nota 2: Se pueden emplear otros ensambles que permitan la filtración en vacío utilizando un crisol.

- 4.2** *Matraz Erlenmeyer* – De 125 ml y otro recipiente adecuado.
- 4.3** *Horno* – Capaz de mantener una temperatura de $110 \pm 5^\circ \text{C}$ ($230 \pm 9^\circ \text{F}$).
- 4.4** *Desecador* – De tamaño adecuado, cargado con un desecante efectivo.
- 4.5** *Balanza analítica* – Con una capacidad de 200 g y una sensibilidad de 0.0001 g.
- 4.6** *Tapón de neopreno* – Con diámetro igual al de la boca del kitasato y con un orificio central para acomodar la alargadera.
- 4.7** *Bomba de vacío.*

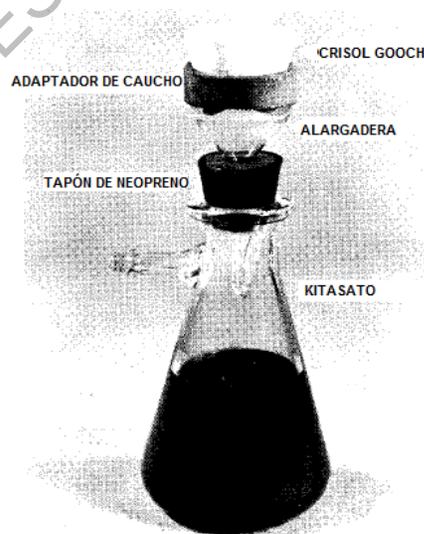


Figura 713 - 1. Ensamble del aparato de filtración

5 SOLVENTES

- 5.1 *Tricloroetileno* – De grado técnico.

6 PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- 6.1 El tricloroetileno es tóxico; tomar o respirar niveles altos de tricloroetileno puede producir graves efectos sobre la salud. En presencia de llamas o resistencias calentadas al rojo, sus vapores se transforman en fosgeno, un gas sumamente tóxico; por lo tanto, se debe emplear en condiciones muy favorables de ventilación y no se debe fumar ni tener puntos de calor encendidos cuando se trabaje con él.

7 PREPARACIÓN DEL CRISOL

- 7.1 El aparato filtrante se debe armar tal como se muestra en la Figura 713 - 1. Se dispone un lecho de fibra de vidrio sobre el crisol, humedeciéndolo con el solvente que se vaya a utilizar y asentándolo firmemente en el fondo del crisol mediante una ligera succión efectuada con la bomba de vacío. Se seca en el horno el crisol con su contenido a $110 \pm 5^\circ \text{C}$ ($230 \pm 10^\circ \text{F}$) durante 15 minutos. Se enfría en el desecador durante 30 ± 5 minutos y se determina su masa (A) con aproximación a 0.1 mg. Se almacena en un desecador hasta que llegue el momento de ser empleado.

8 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- 8.1 Si la muestra no es fluida, se calienta con cuidado hasta una temperatura conveniente, pero en ningún caso mayor de 100°C por encima del punto de ablandamiento. Normalmente, la temperatura a la cual se realiza este ensayo no influye en los resultados, por lo que se puede efectuar a temperatura ambiente. Sin embargo, para ensayos de referencia o de arbitraje, el matraz y la muestra en solución se deberán colocar en un baño de agua a $38 \pm 0.3^\circ \text{C}$ durante una hora, antes de la filtración.

9 PROCEDIMIENTO

- 9.1 Ante todo, se debe tomar nota de las precauciones de seguridad mencionadas en la Sección 6. Se transfieren aproximadamente 2 g de la muestra a un matraz Erlenmeyer de 125 ml previamente tarado, o a otro recipiente adecuado (Figura 713 - 2). Se permite que la muestra alcance la temperatura ambiente y se determina la masa del conjunto, partir de la cual se determina la masa de la muestra (B), con aproximación a 1 mg. Se agregan al matraz 100 ml de tricloroetileno en pequeñas porciones con agitación continua hasta que desaparezcan todos los terrones y no quede material adherido a las paredes del recipiente. Se tapa el recipiente y se deja en reposo al menos por 15 minutos (Figura 713 - 3).



Figura 713 - 2. Transferencia de la muestra al matraz Erlenmeyer



Figura 713 - 3. Muestra disuelta en tricloroetileno

- 9.2** Se coloca sobre la alargadera el crisol Gooch previamente preparado y pesado, se humedece la almohadilla de fibra de vidrio con una pequeña porción de tricloroetileno y se decanta la solución a través de la almohadilla de fibra de vidrio del crisol con o sin una ligera succión, según sea necesario (Figura 713 - 4). Cuando la materia insoluble sea apreciable, se procura retenerla en el matraz tanto cuanto sea posible, con el fin de evitar la obstrucción del filtro. Se lava el frasco con una pequeña cantidad de solvente, y empleando un chorro de solvente de una botella de lavado se transfiere todo el material insoluble al crisol. Si fuere necesario, se frota con una varilla de vidrio con un trozo de tubo de caucho en su extremo, para remover la materia insoluble que se hay adherido al matraz. Se enjuagan completamente el agitador y el matraz. Se lava con solvente la materia insoluble en el crisol hasta que el filtrado sea esencialmente incoloro; entonces, se aplica una succión fuerte para remover el solvente residual. A continuación, se retira el crisol de la alargadera, se lava su fondo con disolvente para liberarlo de cualquier materia disuelta, colocándolo luego sobre un horno o sobre un baño de vapor hasta que sea eliminado todo olor a solvente (ver precauciones de seguridad en la Sección 6). Una vez evaporado el solvente, se coloca el crisol dentro del horno a $110 \pm 5^\circ \text{C}$ ($230 \pm 10^\circ \text{F}$) por un período mínimo de 20 minutos. Se enfría en un desecador durante 30 ± 5 minutos y se determina su masa con aproximación de 0.1 mg. Se repiten las operaciones de secado y pesado, hasta que en dos pesadas consecutivas se obtenga una diferencia de no mayor de ± 0.3 mg. La masa obtenida se llamará C.

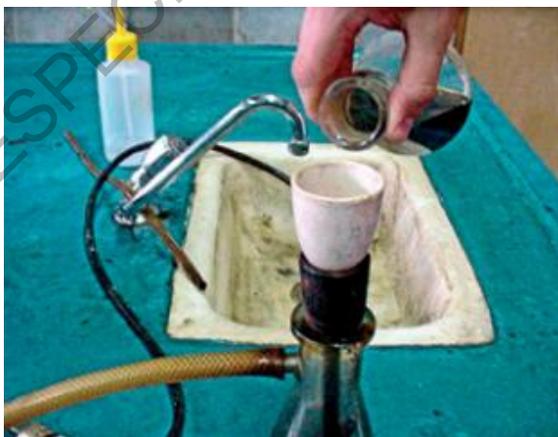


Figura 713 - 4. Filtración de la solución

Nota 3: Para obtener resultados precisos, el tiempo de enfriado en el desecador debe ser el mismo (dentro de un rango de ± 5 min) luego de todos los calentamientos. Por ejemplo, si la masa del crisol vacío se determinó luego de un período de 30 min en el desecador, su masa conteniendo el material insoluble de deberá determinar luego de 30 ± 5 min de enfriado en el desecador. Si los crisoles vacíos o con la materia insoluble han permanecido en el desecador durante toda la noche, se deberán recalentar en el horno durante un mínimo de 30 min y luego se les permite enfriar durante el lapso prescrito, antes de determinar su masa.

10 CÁLCULOS E INFORME

10.1 Se calculan los porcentajes totales de materia insoluble y soluble en el solvente usado, empleando las siguientes fórmulas:

$$\% \text{ insoluble} = \left[\frac{C - A}{B} \right] \times 100 \quad [713.1]$$

$$\% \text{ soluble} = \left[\frac{B - (C - A)}{B} \right] \times 100 \quad [713.2]$$

- Donde: A: Masa del crisol y filtro;
B: Masa de la muestra;
C: Masa del crisol, filtro y el material insoluble.

10.2 Para porcentajes de materia insoluble menores de 1.0, se informa con aproximación a 0.01 %, y para porcentajes de insolubles mayores o iguales 1.0, con aproximación a 0.1 %.

11 PRECISIÓN Y SESGO

11.1 *Precisión* – Datos obtenidos por el laboratorio de referencia de materiales de la AASHTO ensayando 132 muestras con 13 200 repeticiones del ensayo, con valores de solubilidad entre 99.5 y 100 %, permitieron establecer los siguientes valores de precisión:

Desviación estándar entre varios laboratorios (1s) = 0.01 + (0.75 × % insoluble).

Desviación estándar de un solo operador (1s) = 0.01 + (0.25 × % insoluble).

11.2 *Sesgo* – Como no hay un material de referencia aceptado para establecer el sesgo por este método, no se presenta ninguna declaración al respecto.

12 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM D 2042 – 09