

NORMAS DE ENSAYO DEL LABORATORIO CENTRAL

Determinación del betún soluble en sulfuro de carbono en materiales bituminosos.

NELC 6.07

I. Definiciones y aplicación.

Se entiende por betún soluble en sulfuro de carbono, el conjunto de substancias integrantes de los materiales bituminosos solubles en dicho disolvente.

Esta determinación, llevada a cabo siguiendo el método número 1, es aplicable a cualquier material bituminoso: betún, asfalto, cemento asfáltico, etcétera, con tal que la materia mineral no esté tan finamente dividida que ocluya el filtro o pase a su través (como ocurre en ciertos asfaltos naturales), en cuyo caso deberá seguirse el método número 2.

II. Instrucciones y normas a que se ajusta.

Esta determinación se ajusta a lo dispuesto en el pliego de condiciones de recepción de betunes asfálticos aprobado por el Ministerio de Obras Públicas con fecha 20 de marzo de 1933.

Su realización está de acuerdo con las prescripciones del *standard* D 4-27 de la A. S. T. M.

III. Aparatos empleados.

1. Crisol de Gooch, de 4 cm. de diámetro en la boca y 2,5 en el fondo.
2. Matraz Erlenmeyer, con tubuladora lateral para filtrar a la trompa.
3. Tapón de goma.
4. Embudo-soporte para el crisol de Gooch.
5. Trozo de tubo de goma para adaptar el crisol de Gooch al embudo.
6. Amianto cortado en fibras de longitud no superior a 1 cm., desmenuzadas con agua.
7. Dos matraces Erlenmeyer, de 250 c. c.
8. Mechero Bunsen.
9. Estufa de aire.
10. Trompa de agua.
11. Balanza analítica.
12. Desecador.

IV. Procedimiento operatorio.

1. *Preparación de la muestra.* — La muestra empleada en el análisis deberá ser una buena muestra media del material objeto de la determinación y, en caso de contener más de un 2 por 100 de agua, deberá deshidratarse previamente, por destilación en caldereta metálica, como se indica en el procedimiento para la determinación del agua en aceites impregnantes de creosota (NELC 9,01) de las Normas de Ensayo del Laboratorio Central, cuidando de mezclar el aceite destilado, exento de agua, con la porción no destilada.

Los materiales duros y quebradizos pueden pulverizarse y desecarse en la estufa de aire, a temperatura inferior a la de la volatilización del material.

2. *Preparación del crisol.* — Colocado el embudo en el tapón del Erlenmeyer de filtración, se adapta el crisol de Gooch al embudo mediante el trozo de tubo de goma apropiado. Se conecta el Erlenmeyer a la trompa de agua, y antes de producir aspiración se llena el crisol con la suspensión de amianto en agua. Se deja sedimentar algo y se aspira el agua suavemente con la trompa, quedando una capa de amianto adherida al fondo del crisol. Se añade nuevamente suspensión de amianto en agua, como la primera vez, y se repite la manipulación hasta conseguir que la capa de amianto formada, apenas deje pasar la luz. Se lava con agua repetidas veces, se deseca a 105-110° C. en la estufa y se calcina en la llama del mechero, dentro de un crisol mayor, de porcelana, y apoyado en una arandela de cartón de amianto, que le impide llegar al fondo. Se deja enfriar en el desecador y se pesa.

3. *Método número 1.* — Se pesa en un Erlenmeyer, tarado, de 250-300 c. c. una cantidad de material bituminoso que venga a contener aproximadamente 1 gr. de betún soluble en sulfuro de carbono; se añaden 100 c. c. de este disolvente, en pequeñas porciones, agitando hasta que desaparezcan los grumos y deje de adherirse el material al fondo del matraz; se

tapa éste con un corcho y se deja en reposo quince minutos. Se prepara el dispositivo de filtración con el crisol de Gooch, pesado, y se decanta cuidadosamente la solución sobre el filtro de amianto, sin usar la trompa de agua o aspirando con ella, según convenga, y evitando que pase al crisol parte del sedimento. Se lavan las paredes del matraz con una pequeña cantidad de sulfuro de carbono y se pasa entonces el precipitado al crisol de Gooch, completando la operación con nuevas porciones de disolvente.

Las partículas adheridas a las paredes del matraz pueden ser arrastradas, con ayuda de una larga pluma de ave, una vez evaporado el disolvente. Se lava el residuo sobre el filtro con pequeñas porciones de disolvente hasta que fluya incoloro, se aspira unos minutos a la trompa, se deseca el crisol en la estufa a 105-110° C. durante 30 minutos, se deja enfriar en el desecador y se pesa. De haber quedado materia insoluble adherida a las paredes del matraz, se deseca también éste en la estufa y se pesa después, añadiendo el aumento de peso hallado al peso de materia insoluble retenida en el filtro. La diferencia entre el peso de muestra empleada y el peso del residuo insoluble es el peso de betún soluble en disulfuro de carbono.

Calcínese después el crisol al rojo, enfríese y pése. El peso del residuo después de esta calcinación es el de las cenizas.

4. *Método número 2.* — Pése en un matraz Erlenmeyer, tarado, de 250-300 c. c., una cantidad de material bituminoso que venga a contener aproximadamente 1 gr. de betún soluble en disulfuro de carbono y trátase con 100 c. c. de este disolvente. Tápese el matraz con un corcho, sin apretarlo, y agítase de vez en cuando hasta que se hayan desmenuzado los trozos

grandes de material. Déjese el matraz en reposo durante cuarenta y ocho horas. Decántese la solución a otro matraz análogo, tarado previamente, procurando no remover el sedimento formado. Trátase el residuo del primer Erlenmeyer con otros 100 c. c. de disulfuro de carbono, agítase y déjense después en reposo los dos matraces otras cuarenta y ocho horas. Decántese cuidadosamente el contenido del segundo Erlenmeyer sobre el crisol de Gooch, sin aspirar con la trompa, y después el del primero. Lávese el crisol con disolvente limpio.

Los residuos de uno y otro matraz se tratan con nuevas porciones de disolvente y se dejan en reposo durante veinticuatro horas. Decántese la solución sobre el filtro y lávense por decantación ambos residuos con nuevas porciones de disulfuro de carbono, hasta que éste fluya incoloro. Se desecan los dos matraces Erlenmeyer y el crisol a 105-110° C. y se pesan. Se concentra el filtrado por destilación, se evapora a sequedad, a baño María, en una pequeña cápsula de porcelana, se calcina el residuo y se añade el peso de cenizas obtenido al del residuo total de matraces y crisol. La diferencia entre el peso de muestra empleada y el peso total de residuo y cenizas es el peso del betún soluble en disulfuro de carbono.

V. Obtención y precisión de los resultados.

Los resultados de dos determinaciones efectuadas en un mismo material, expresados en tanto por ciento, difieren en menos de 0,05 por 100.

El resultado deberá limitarse a la primera cifra decimal.

Por el Licenciado J. M.^a CORONAS,
Encargado de la Sección de Química.

Determinación del agua en los materiales bituminosos.

NELC 6.08

I. Definiciones y aplicación.

Por este método se determina la cantidad de agua existente en un material bituminoso, destilándolo con un disolvente volátil. Este procedimiento, utilizable en gran número de casos, se aplica principalmente a los aceites minerales, alquitranes, emulsiones asfálticas y demás productos bituminosos.

II. Instrucciones y normas a que se ajusta.

Esta determinación se ajusta a lo dispuesto en el pliego de condiciones que ha de reunir el alquitrán

que se emplee en las carreteras, aprobado por el Ministerio de Obras Públicas con fecha 29 de marzo de 1936.

Su realización está esencialmente de acuerdo con las prescripciones de los *standard* D 95-30 y D 244-40 de la A. S. T. M.

III. Aparatos empleados.

El dispositivo empleado consta de una caldera de metal o un matraz de vidrio, calentados convenientemente, y de un refrigerante de reflujo que vierte el