

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

líquido condensado en un colector graduado, unido a la caldera o al matraz por el tubo de salida soldado a la parte alta y lateral del colector; colector que sirve así para recoger y medir el agua condensada y para volver a la caldera el disolvente que destila. No es condición esencial el tipo de aparato empleado; pero suele usarse la caldera metálica para los alquitranes y productos bituminosos empleados en las carreteras, y el matraz de vidrio para el petróleo y sus derivados. Las uniones entre caldera o matraz, colector y refrigerante se hacen con buenos tapones de corcho (figuras 1.^a y 2.^a).

Las características de los aparatos usados son:

1. *Caldera* cilíndrica vertical de cobre, latón o bronce, con tapa provista de tubuladura corta de 26 milímetros de diámetro interior, que se sujeta a la caldera mediante una brida móvil y el correspondiente tornillo de presión. La forma y dimensiones quedan indicadas en la fig. 1.^a

2. *Matraz de vidrio*, de fondo redondo, cuello corto y de 500 c. c. de capacidad.

3. *Mechero* anular de 100 mm. de diámetro interior, en caso de emplear caldera de metal, y mechero Bunsen corriente y baño de aire si se emplea el matraz de vidrio.

4. *Refrigerante* de vidrio, con camisa de refrigeración de longitud no inferior a 400 mm. y tubo interior de 9,5 a 12,7 mm. de diámetro interior. El extremo del refrigerante que se une al colector debe estar cortado a bisel, formando un ángulo de 30° con el eje del refrigerante.

5. *Colector* de vidrio, de las dimensiones que se indican en la figura 3.^a, graduado de 0 a 100 c. c., en décimas de centímetro cúbico, no debiendo ser el error, para ningún valor del volumen, superior a 0,05 c. c. El grueso de las paredes conviene que sea de 2,5 a 3,50 milímetros.

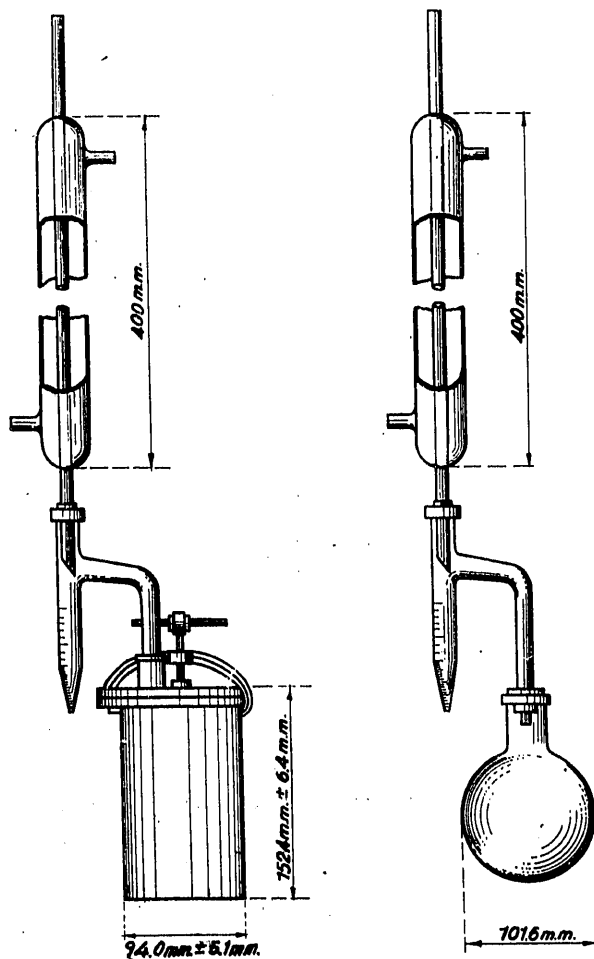


Figura 1.^a

Figura 2.^a

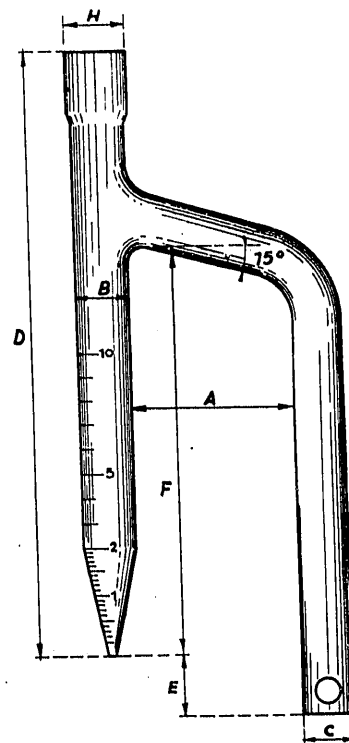


Figura 3.^a

A	45 a 55 mm.
B (Diámetro interior)...	14 a 16 "
C (Diámetro interior)...	12 a 16 "
D	150 a 170 "
E	25 a 38 "
F	100 a 108 "
H (Diámetro interior)...	18 a 19 "

APARATOS PARA DETERMINACIÓN DE AGUA

En la determinación del agua en las emulsiones asfálticas deberá emplearse el colector de 25 c. c. indicado en la figura 4.^a, graduado entre 0 y 2 c. c. en décimas de centímetro cúbico, y entre 2 y 25 c. c. en doubles décimas. Debiendo ser el error en la graduación inferior a $\pm 0,05$ c. c. entre 0 y 2 c. c. e inferior a $\pm 0,1$ c. c. entre 2 y 25 c. c.

IV. Procedimiento operatorio.

1. *Disolventes empleados.* — En la determinación del agua en los productos bituminosos derivados del alquitrán se empleará como disolvente xilol o nafta

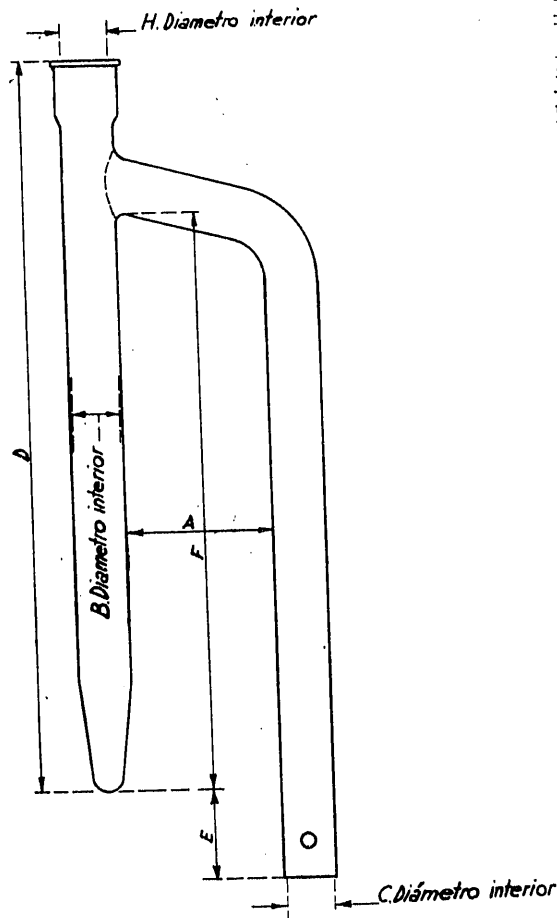


Fig. 4.^a — Colector de 25 c. c.

A = 45 a 55 mm.	E = 25 a 38 mm.
B = 14 a 16 "	F = 186 a 194 "
C = 12 a 16 "	H = 18 a 19 "
D = 235 a 255 "	

centígrados, y el 90 por 100 por debajo de los 210° centígrados.

El ensayo de los disolventes deberá hacerse según se indica en el ensayo de destilación de los productos derivados del petróleo (NELC II.01).

2. *Preparación de la muestra.* — Debiendo ser la muestra empleada en este ensayo muestra media de la enviada al laboratorio, deberá ponerse sumo cuidado en homogeneizar el material antes de apartar la muestra para el ensayo.

3. *Ensayo.* — Si la muestra a ensayar contiene menos del 10 por 100 de agua, se pesan en la caldera o matraz, previamente tarado, con error menor de $\pm 0,5$ gr., unos 100 gr. del producto; se añaden 100 c. c. del disolvente apropiado y se mezcla lo mejor posible, moviendo convenientemente el recipiente para que el líquido gire sin pérdida de producto.

Si la muestra tuviera más de un 10 por 100 de agua, se reduce el peso del producto utilizado de forma que contenga menos de 10 c. c. de agua, o bien se emplea el colector de 25 c. c.

Se coloca la tapa de la caldera, si se emplea ésta, ajustándola con una junta gruesa de papel, empapada en el disolvente empleado, y se sujeta la tapa mediante la brida y el tornillo. Se dispone el refrigerante y el colector de manera que el extremo inferior del refrigerante venga a quedar hundido más de 1 mm. en el líquido del colector, una vez establecido el régimen normal de destilación, y con un poco de algodón colocado en el extremo superior del refrigerante se impide que pueda condensarse la humedad atmosférica en el tubo interior del refrigerante.

Se calienta gradualmente con el mechero, de forma que el destilado fluya por el extremo del refrigerante a razón de 2 a 5 gotas por segundo. El mechero circular utilizado para calentar la caldera metálica se coloca, al principio, a unos 7 cm. del fondo de ésta y se baja luego gradualmente a medida que la destilación va avanzando. La destilación se continúa a la velocidad indicada hasta que no se vea agua en parte alguna del aparato, excepto en el colector, lo que suele tardar menos de una hora. De formarse en el refrigerante un anillo de agua condensada, podría eliminarse aumentando unos minutos la velocidad de destilación.

V. Obtención y exactitud de los resultados.

Del volumen de agua medido en el colector se deduce fácilmente el tanto por ciento en peso en la muestra ensayada.

Un ensayo por duplicado debe dar valores que no difieran en más de 0,1 c. c. El resultado se dará con una sola cifra decimal.

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

de alquitrán de hulla, que destile el 98 por 100 entre 120 y 250° C.

En la determinación del agua en el petróleo o productos bituminosos derivados del mismo se empleará gasolina exenta de agua, que destile el 5 por 100 a temperaturas no inferiores a 90° ni superiores a 100°