



ASOCIACIÓN TÉCNICA DE EMULSIONES BITUMINOSAS

DETERMINACIÓN POR DESTILACIÓN DEL LIGANTE RESIDUAL Y DEL FLUIDIFICANTE EN LAS EMULSIONES BITUMINOSAS

UNE-EN 1431:2009

PT-03	Rev. 0	
Fecha: Junio 2017	Redactado GT1 ATEB	Aprobado COMITÉ TÉCNICO ATEB



ASOCIACIÓN TÉCNICA DE EMULSIONES BITUMINOSAS

ÍNDICE

- 1.- Objeto y campo de aplicación**
- 2.- Principio del método**
- 3.- Definiciones**
- 4.- Equipos y materiales**
- 5.- Procedimiento**
- 6.- Cálculos**
- 7.- Informe de ensayo**
- 8.- Precisión**
- 9.- Consideraciones a la norma**



ASOCIACIÓN TÉCNICA DE EMULSIONES BITUMINOSAS

1.- OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

En este procedimiento se describe la metodología para la determinación cuantitativa del ligante residual y de los fluidificantes de las emulsiones bituminosas.

Del mismo modo, este método se puede utilizar para obtener el residuo y fluidificantes para ensayos posteriores de caracterización.

2.- PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método consiste en separar en una probeta graduada el agua y fluidificante de una emulsión, dejando el ligante como residuo del proceso de destilación.

3.- DEFINICIONES

Para la comprensión de este procedimiento se aplican las siguientes definiciones:

Fluidificante

Fracción hidrocarbonada que se destila y recoge en una probeta graduada en las condiciones específicas en el método de ensayo.

Ligante residual

Residuo de betún de una emulsión bituminosa, una vez separados el agua y el fluidificante que formaba parte de la misma.

4.- EQUIPOS Y MATERIALES

A continuación se describe el equipamiento, materiales y reactivos necesarios para la realización del ensayo:

Equipos

.- Equipo de destilación con las siguientes características:

Características	Requisito
Retorta de aluminio o acero	
Altura	241 $\pm$ 5 mm
Diámetro exterior	101 $\pm$ 1 mm
Espesor de pared	3,2 $\pm$ 0,2 mm
Mechero en forma de anillo	
Diámetro interior con orificios por su cara interna	125 $\pm$ 5 mm
Equipo de conexión	
Diámetro de tubo de	12 $\pm$ 1 mm



ASOCIACIÓN TÉCNICA DE EMULSIONES BITUMINOSAS

conexión de vidrio	
Refrigerante con camisa de metal o vidrio	
Probeta graduada de 100 ml	Escala 0,5 ml
Termómetro o dispositivo medición de temperaturas	
Escala	10° a 300 °C Precisión: Min. 1°C

- Balanza: de 3500 gramos con una precisión de 0,1 gramos.
- Mechero bunsen o equivalente para calentar.
- Tamiz de 300 μ m que sea conforme con R40/3 de la norma ISO 565.
- Material de vidrio y otros equipos de laboratorio.

5.- PROCEDIMIENTO

5.1. Preparación de muestra

5.1.1. Se homogeneizará la muestra en su envase y se tamizará para la eliminación de posibles partículas de betún mal emulsionado.

5.1.2. Se anotará la cantidad de residuo depositado en el tamiz.

Si el porcentaje obtenido en el tamizado es superior al 1% se rechazará la muestra.

5.2. Método de ensayo

5.2.1. Preparación de la retorta

5.2.1.1. Se pesan $200 \pm 0,1$ g de emulsión y se adicionan a la retorta de destilación previamente pesada junto con todos los elementos (tapa, termómetros,...).

5.2.1.2. Se cierra la retorta asegurando un ajuste hermético y se aprieta la tapa.

5.2.1.3. Se colocan los termómetros, o dispositivos de medida de la temperatura a emplear, a través de los orificios de la tapa tapando el orificio de manera que quede hermético para evitar la salida de gases. Se puede emplear tapones de corcho, silicona o cualquier otro material que selle el orificio.

Se ajusta la posición de los termómetros para que queden a una distancia del fondo de la retorta de $6,5 \pm 1$ mm y 165 ± 2 mm respectivamente.

5.2.1.4. Se coloca el mechero de anillo a 152 ± 2 mm del fondo de la retorta.

5.2.2. Montaje del equipo de destilación

5.2.2.1. Acoplar el tubo refrigerante a la retorta cerrándolo herméticamente para evitar la salida de gases.

5.2.2.2. Colocar un mechero tipo bunsen al inicio del tubo refrigerante para aplicar calor y evitar la condensación del agua.

5.2.2.3. Colocar al final del tubo de refrigeración una probeta para la recogida del destilado



Foto 1. Detalle montaje del equipo de destilación en laboratorio.

5.2.3. Proceso de calentamiento

5.2.3.1. Se aplica calor en el mechero de anillo regulándolo hasta conseguir una llama tenue. Se modificará la posición del anillo para conseguir una destilación uniforme y evitar la formación de espuma, que se detectará cuando tenga lugar cambios bruscos en las lecturas de la temperatura.

En emulsiones con fluidificante es más probable la formación de espuma por lo que se colocará el anillo más arriba y en el caso de emulsiones sin fluidificante el anillo se colocará más abajo de la posición inicial.

5.2.3.2. Regulada la llama del mechero se controla la temperatura y cuando la lectura del termómetro inferior alcance los $215\text{ }^{\circ}\text{C}$ se baja el mechero y se mantiene hasta alcanzar los $260 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Se debe mantener la temperatura a este nivel durante 15 minutos y continuar hasta completar la destilación en un tiempo máximo de destilación de 60 ± 15 minutos, desde el comienzo de la calefacción.

5.2.4. Determinación de componentes de la emulsión

5.2.4.1. Se comprueba el volumen de agua y fluidificante destilado recogido en la probeta y se anota su valor con una aproximación de 0,5 ml

5.2.4.2. Para poder ver de manera más clara la separación entre el agua y el disolvente, se puede adicionar al destilado 5 ml de una solución de NaOH o KOH (para emulsiones catiónicas).

5.2.4.3. Dejar enfriar y pesar la retorta con todos los elementos, para determinar la cantidad de residuo de betún que queda tras la destilación.



ASOCIACIÓN TÉCNICA DE EMULSIONES BITUMINOSAS

5.2.4.4. Si sobre el ligante se va a realizar algún tipo de ensayo se calentará, homogeneizará y se procederá a su tamizado a través del tamiz de 300 μm . A continuación se trasvasa a los recipientes correspondientes según la característica a determinar.

6.- CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

6.1. Cálculo del contenido de betún residual

Se calcula el contenido de betún como el porcentaje de masa con aproximación del 1%, aplicando la siguiente ecuación:

$$r = \frac{B_m}{A_m} \times 100$$

Donde:

A_m es la masa de la muestra de emulsión (g)

B_m es la masa del residuo después de la destilación (g)

6.2. Cálculo del contenido de fluidificante

Se calcula el fluidificante como el porcentaje en volumen con aproximación del 0,1%, aplicando la siguiente ecuación:

$$o = \frac{D \times \rho}{A_m} \times 100$$

Donde:

D es el volumen de fluidificante (ml).

ρ es la densidad de la emulsión (g/ml).

Se asume un valor de densidad de la emulsión de 1 g/ml a 15 °C.

6.3. Contenido de ligante de la emulsión

Se define como el porcentaje en masa del betún residual más el porcentaje en masa del fluidificante.

La masa del fluidificante se puede determinar mediante la determinación de la densidad, según la norma EN ISO 3838 (para grandes volúmenes), o asumir un valor de 0,850 g/ml.

7.- INFORME DE ENSAYO

El informe de ensayo debe incluir la siguiente información (ver formato adjunto):

1. Identificación de la muestra.
2. Fecha del ensayo.
3. Referencia a la norma de ensayo UNE-EN 1431.
4. El resultado del ensayo en las unidades y precisión indicadas.



ASOCIACIÓN TÉCNICA DE EMULSIONES BITUMINOSAS

5. Cualquier desviación con respecto a lo indicado.

DETERMINACIÓN DEL RESIDUO POR DESTILACIÓN				
Método de ensayo			N° informe	
DATOS DE LA MUESTRA				
Identificación muestra				
Fecha inicio ensayo		Fecha final ensayo		
DATOS DEL ENSAYO				
Peso retorta (g)			% residuo (peso)	
Peso emulsión (g)				
Peso retorta + residuo (g)				
Volumen de destilado (ml)	Vol agua		% fluidificante (volumen)	
	Vol fluid			
OBSERVACIONES				
Responsable Técnico			Fecha informe	

8.- PRECISIÓN

Los requisitos de precisión para residuos entre 50-70%:

- Repetibilidad: 1%
- Reproducibilidad: 2%

9.- CONSIDERACIONES A LA NORMA

Los termómetros de mercurio podrán ser reemplazados por otros dispositivos de medida de la temperatura con los rangos de medida y precisiones requeridos. En cualquier caso, de acuerdo al Reglamento (UE) N° 847/2012 del 19 de Septiembre de 2012, quedará prohibido el uso de los termómetros de mercurio a partir de octubre de 2017.

Las características del betún residual obtenido mediante este método no tienen por qué ser necesariamente las mismas que las de los materiales empleados originalmente en la fabricación, especialmente cuando se trate de ligantes modificados con polímeros.

En el caso de descenso brusco de temperatura por formación espuma, enfriar la parte inferior de la retorta empleando un recipiente con agua fría. En emulsiones que se prevea la formación de espumas se recomienda el empleo de antiespumante.