

MÉTODO PARA DETERMINAR LA HUMEDAD O VOLÁTILES EN MEZCLAS ASFÁLTICAS (ASTM D 6307 AASHTO T110-94)

OBJETO

Este método describe un procedimiento para determinar, por medición directa, la humedad o fracciones volátiles del asfalto en mezclas de pavimentos bituminosos.

EQUIPOS Y MATERIALES

1. Destilador metálico

Un destilador cilíndrico vertical, similar al usado en ensayos de emulsiones asfálticas, con una pestaña pulida en la parte superior en la cual adhiere la tapa bien cerrada con una abrazadera. Tapa de metal, de preferencia de cobre o bronce, provista de un tubo de diámetro interior de 25 mm (1").

2. Condensador

Tipo de reflujo, con tubo de vidrio enfriado por agua, con una camisa para condensar, de largo no menor que 400 mm, con un tubo interior de 10 a 12 mm de diámetro exterior. El extremo del condensador se conecta en la trampa y debe tener un ángulo hacia abajo de 30° desde el eje vertical del condensador. Para mezclas con solventes muy volátiles puede ser necesario ayudarse con un segundo condensador de aproximadamente la misma dimensión.

3. Trampa

De vidrio bien recocido, de uno de los siguientes tipos, dependiendo del propósito del ensayo.

- a) Para determinar el agua en mezclas de pavimentos bituminosos use una trampa de vidrio de 10 ó 25 ml de capacidad. Debe estar graduada en divisiones de 0,1 ml con $\pm 0,05$ ml máximo de error bajo 1 ml, y en divisiones de 0,2 ml con $\pm 0,1$ ml máximo de error sobre 1 ml.
- b) Para determinar las fracciones volátiles del ligante asfáltico, las dimensiones de la trampa son las que se indican en la **Figura A0607_1**.

4. Solvente

Para uso en general prefiera un solvente aromático, puesto que tiene alta solvencia y gran poder de dispersión para la mayoría de los materiales bituminosos. El Xileno o una mezcla de 20% de benzol y 80% de Xileno es recomendable. Para asfaltos y productos similares de petróleo puede usar un destilado de petróleo, 5% que ebulle entre 90 y 100° C y 90% que destile bajo 210°C. Para alquitrán, gas, agua de alquitrán y materiales similares, debe usar el solvente aromático.

5. Artefacto calentador

Cualquier fuente de calor satisfactoria que sea capaz de mantener una razón de destilación de 85 a 95 gotas/ min.

EXTRACCIÓN Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Muestra

La muestra debe ser representativa del material y de tamaño tal, que prácticamente llene el envase en el cual se transporta al laboratorio. Para contar con un duplicado es satisfactorio un envase lleno con 2 litros.

Preparación de la muestra

Mezcle bien la muestra y pese una cantidad, apreciando el porcentaje de humedad o diluyente dentro de la capacidad calibrada de la trampa. Guarde el sobrante de la muestra en el envase bien cubierto.

Es preferible que el peso de la muestra no sea menor de 500 g para mezclas normales.

Desmenúcela bien, hasta que no tenga terrones y colóquela en el destilador.

PROCEDIMIENTO

Procedimiento de ensayo para determinar la humedad

6. Después que ha colocado la muestra en el destilador, agregue 200 ml del solvente y revuelva rápidamente, tape firmemente el destilador y arme la trampa y el condensador, según se describe en el **Método A0312**. Aplique calor, de manera que el reflujo comience dentro de los 5 a 10 min. después que el calor ha sido aplicado y que el solvente condensado gotee dentro de la trampa a razón de 85 a 95 gotas/min. Continúe la destilación hasta que, después de 3 lecturas sucesivas con intervalos de 15 min., no haya incremento en la cantidad de agua condensada, excepto en el caso que la destilación continúe por más de 1,5 h.
7. Anote el volumen de agua en la trampa y calcule en porcentaje por masa de muestra tomada

Procedimientos de ensayo para determinar destilados volátiles

8. Después que ha colocado la muestra en el destilador, agregue 350 ml de agua y aproximadamente 3 g de carbonato de sodio (Na_2CO_3) y revuelva rápidamente la muestra. Sujete firmemente la tapa del destilador y arme la trampa y condensador, según **Método A0312**, excepto que la trampa a usar debe ser la de dilución especificada en 3 b).

9. Aplique calor de manera que el reflujo del agua y solvente comience entre 5 a 10 min. después de aplicar el calor y gotee del condensador a razón de 85 a 95 gotas/ min. En caso que la muestra contenga una gran cantidad de solvente muy volátil, puede ser necesario agregar un segundo condensador sobre el primero o bien reducir la razón de destilación para, poco más o menos, prevenir un escape del solvente.
10. Continúe la destilación hasta tres sucesivas lecturas de los niveles superior e inferior del diluyente con 15 min. de intervalo, sin que se observe incremento en la cantidad acumulada. Entonces, retire la fuente de calor y no mueva el aparato durante 30 min. para permitir que el solvente se enfríe y separe.
11. Anote el volumen del diluyente en la trampa y calcule e informe en porcentaje, por masa de muestra tomada, usando la densidad del diluyente a 25°C.

CÁLCULOS

12. Cálculo de la humedad contenida

$$\text{Agua, \%} = A / B \times 100$$

donde:

A: Volumen de agua en trampa

B: Masa de muestra

13. Cálculo del contenido de volátil destilado:

$$\text{Dest, \%} = C \times D / E \times 100$$

donde:

C: Volumen de destilado en trampa

D: Densidad de destilado, a 25°C

E: Masa de la muestra

INFORME

14. Informe los resultados de contenido de humedad como porcentaje en peso de acuerdo a 12

15. Informe los resultados de contenido de solvente destilado como porcentaje en peso de acuerdo a 13.

PRECISIÓN

16. Precisión para la determinación de humedad

El siguiente criterio puede ser aplicado para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95% de probabilidad) cuando se usan trampas de 10 ml o 25 ml.

a) Repetitividad.

La determinación en duplicado de humedad por un mismo operador pueden ser considerados dudosos, si estos difieren en más de los siguientes valores:

Agua recolectada

0,0 - 1,0 ml	0,1 ml
1,1 - 25 ml	0,1 ml o 2 % de la media

b) Reproducibilidad

Los resultados obtenidos por cada uno de dos laboratorios pueden considerarse dudosos, si estos difieren en más de las siguientes cantidades:

Agua recolectada

0,0 - 1,0 ml	0,2 ml
1,1 - 25 ml	0,2 ml o 10 % de la media

17. Precisión para la determinación de destilado de volátil

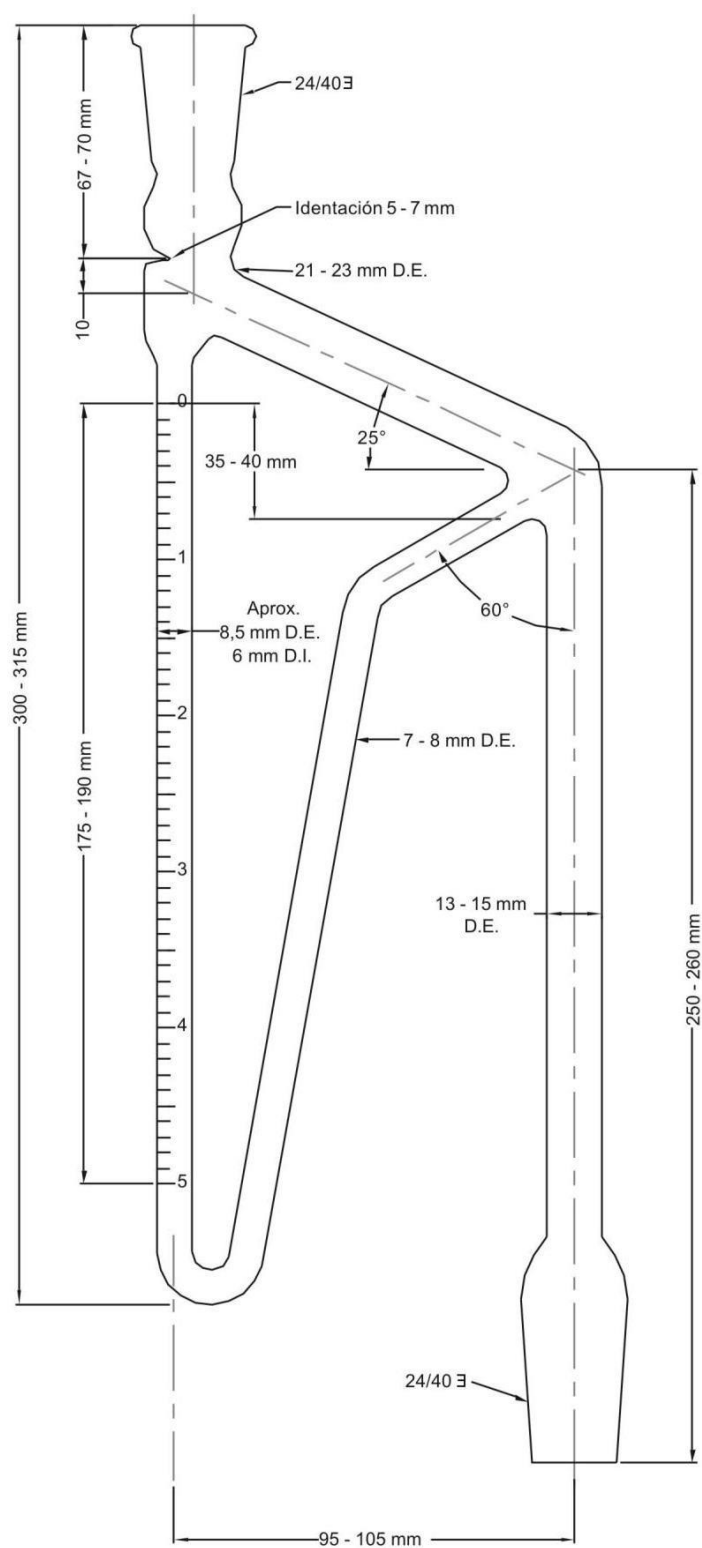
La precisión de este método es obtenida por exanimación estadística o resultados de ensayos interlaboratorios.

a) Repetitividad.

La determinación en duplicado de destilado por un mismo operador pueden ser considerados dudosos, si estos difieren en más de 0,6 puntos porcentuales volumétricos.

b) Reproducibilidad.

Los resultados obtenidos por cada uno de dos laboratorios pueden considerarse dudosos, si estos difieren en más de 1,4 puntos porcentuales volumétricos.



E = Símbolo para indicar ensambladuras intercambiables, tapones y válvulas que cumplen con los requerimientos de ASTM E675 y ASTM E676

FIGURA A0607_1 TRAMPAS PARA DETERMINAS LAS FRACCIONES VOLÁTILES DEL BITUMEN

