

**Método para la determinación del equivalente
heptano-xileno de los materiales bituminosos
(Ensayo de la mancha)**

NLT-135/63

1. OBJETO

- 1.1. Este método de ensayo es aplicable solamente a productos asfálticos derivados del petróleo y no se aplicará a asfaltos naturales conteniendo materiales no bituminosos insolubles en xileno.
- 1.2. Se emplea para determinar el equivalente de heptano-xileno (la cantidad de xileno requerido para suprimir la mancha producida por dispersión en heptano normal), el cual indica si un asfalto ha sufrido descomposición térmica (cracking) o alterado por sobrecalentamiento durante, o posteriormente, al proceso de refinado.
- 1.3. Los materiales que hayan sido clasificados como positivos con el disolvente standard pueden ser ensayados posteriormente, para determinar su grado de positividad, por medio de su «equivalente de xileno». El equivalente de xileno será el porcentaje, en volumen de xileno, más bajo en un disolvente compuesto de xileno y heptano normal (o xileno y nafta standard), de características especificadas, el cual produce una «mancha negativa», para el producto asfáltico analizado. Este será denominado por equivalente heptano-xileno (o nafta-xileno). El porcentaje de xileno en el disolvente establecido en incrementos del 5 %. Si no se especifica ningún equivalente de xileno, solamente se empleará como disolvente el heptano normal.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Matraz, de 50 cc. de capacidad, modelo Florencia, o tipo Soxhlet, de boca ancha y fondo plano, de aproximadamente 45 mm. de diámetro y 60 mm. de altura.
- 2.2. Tapón de corcho para el matraz, provisto de un tubo de vidrio de 200 mm. de longitud y 6,5 mm. de diámetro.
- 2.3. Placa de vidrio lisa y transparente que se preparará de la forma siguiente: Se limpia primero con benceno o tetracloruro de carbono, después con agua y jabón; se seca y, finalmente, se limpia con un producto especial para limpiar vidrio. Después de este tratamiento, una gota de la disolución del producto bituminoso deberá fluir con suavidad, para formar una mancha elíptica de bordes uniformes. Si no se consigue esto, se vuelve a limpiar nuevamente.

- 2.4. Pipeta de 25 cc. graduada en 1/10.
- 2.5. Varilla de vidrio con sus extremos redondeados.
- 2.6. Baño de agua, con regulación de temperatura.
- 2.7. Papel de filtro Whatman, del núm. 50 (el de tamaño de 7 cm. de diámetro es suficiente).
- 2.8. El xileno, para la determinación del equivalente de xileno, será del tipo químicamente puro, y cuando se destila según el método standard A. A. S. H. O. Designación: T 115, lo hará entre 137 y 140° C.
- 2.9. Heptano normal que cumplirá los siguientes requisitos:

| | |
|---|-----------------|
| Índice de octano A. S. T. M. | 80,0±0,2 |
| Densidad a 20° C., gr/cc. | 0,63375±0,00015 |
| Índice de refracción, n_D a 20° C. | 1,38775±0,00015 |
| Punto de congelación... .. | -90,72 mínimo |

Destilación:

| | |
|---|-------------|
| Temperatura para obtener el 50 % de destilado, °C. | 98,43±0,05 |
| Incremento de temperatura para un aumento de destilado del 20 al 80 %, °C. | 0,20 máximo |

Nota.—El heptano normal, reuniendo estas características, puede ser adquirido del Laboratorio Central de la C. A. M. P. S. A., Madrid.

- 2.10. Nafta normalizada será una fracción obtenida por destilación directa, exenta de productos de descomposición térmica o de cualquier otro tipo y cumplirá los siguientes requisitos:

| | |
|------------------------------------|---------|
| Densidad en grados A. P. I. | 49 — 50 |
|------------------------------------|---------|

Destilación:

| | |
|--|--------------------|
| Punto inicial de ebullición | Superior a 149° C. |
| 50 % | 168 — 179° C. |
| Punto final de la destilación | 210° C. |
| Índice de anilina (A. S. T. M. D: 91) | 59 a 63° C. |

Nota.—La nafta normalizada de las características indicadas puede ser adquirida del Laboratorio Central de la C. A. M. P. S. A., Madrid.

- 2.11. Glicerina o etilenglicol.

3. PROCEDIMIENTO

- 3.1. Preparación de la muestra.

- 3.1.1. Para asfaltos sólidos o semisólidos, el ensayo se realizará sobre el material original. Para asfaltos fluidificados del tipo de curado lento (S. C.) que tengan menos del 15 % en volumen que destile por debajo de 360° C. (NLT-134/63), el en-

sayo se realizará sobre el material original, excepto en los casos de discusión, que se hará sobre el residuo de destilación. Para otros tipos de asfaltos fluidificados, el ensayo se hará, en todos los casos, sobre el residuo de destilación.

3.2. Ejecución del ensayo.

3.2.1. Ensayo cualitativo.

- 3.2.1.1. Se colocan en el matraz $2 \pm 0,02$ gr. de la muestra. Si no fluye fácilmente a la temperatura ambiente, se calentará el matraz cuidadosamente hasta que la muestra se extienda en una capa fina, cubriendo el fondo del matraz, el cual se dejará enfriar a la temperatura ambiente.
- 3.2.1.2. Con una pipeta se añaden al matraz 10,2 ml. del disolvente convenido. Se coloca rápidamente en el cuello del matraz el tapón de corcho con el tubo de 200 mm. de longitud y se agita el matraz con un rápido movimiento circular durante cinco segundos. Se sumerge el matraz, hasta su cuello, en un baño de agua hirviendo (a menos que la muestra sea un líquido ligero, en cuyo caso no es necesario el calentamiento).
- 3.2.1.3. Se saca el matraz del baño y se agita durante cinco segundos, al final de cada minuto de inmersión en el agua, hasta que la dispersión sea completa. Si la dispersión no se consigue dentro de ocho minutos, se repetirá el ensayo con otra muestra nueva y manteniendo el baño a una temperatura 14° C más alta, hasta que se consiga la dispersión dentro de los ocho minutos. Para estas temperaturas más elevadas será necesario sustituir el agua por glicerina o etilenglicol.
- 3.2.1.4. Una vez conseguida la dispersión completa, la cual se observa inclinando el matraz, se introduce el tubo de vidrio, de modo que su extremo quede por debajo del nivel del líquido y se deja enfriar el matraz durante treinta minutos a temperatura ambiente.
- 3.2.1.5. La mezcla del material asfáltico y disolvente, se calienta durante quince minutos en un baño de agua mantenido a una temperatura de $32 \pm 0,5^{\circ}$ C. La mezcla se agita completamente y por medio de una varilla limpia se coloca una gota de la mezcla caliente sobre el papel de filtro Whatman núm. 50. Después de cinco minutos se examina la mancha, manteniendo el papel a la distancia que dé el brazo extendido y con el plano del papel en ángulo recto a la línea de visión, con una buena fuente de luz (preferiblemente luz solar difusa) a espaldas del observador. Si la gota forma una mancha circular parda o parda amarillenta con un núcleo sólido más

- oscuro en el centro, el ensayo se considera positivo.
- 3.2.1.6. Si, por el contrario, la gota forma una mancha circular parda y uniforme, se reservará el dictamen y la mezcla del material con el disolvente en el matraz, bien tapado, se colocará en una habitación débilmente iluminada y a temperatura ambiente, con objeto de repetir el ensayo a las veinticuatro horas. La mezcla se calentará como antes a $32 \pm 0,5^\circ \text{C.}$, durante quince minutos, se agita enérgicamente hasta que sea uniforme y se coloca una gota en el papel de filtro. Si la mezcla forma todavía una mancha circular parda y uniforme, el ensayo se considerará como «negativo», pero si ahora se forma en el centro de la mancha un núcleo sólido más oscuro, como se describió antes, el ensayo se considerará «positivo».
- 3.2.1.7. *Procedimiento en caso de discusión.*—En caso de discusión se repetirá el ensayo por completo. Cualquier pérdida de peso del disolvente durante la dispersión se compensará por adición de disolvente y el matraz; después que la dispersión ha sido conseguida, se mantendrá en la oscuridad a una temperatura de $25 \pm 1,5^\circ \text{C.}$, hasta que se haga el ensayo a las veinticuatro horas. Se calienta como siempre a $32 \pm 0,5^\circ \text{C.}$ durante quince minutos y se coloca una gota de la mezcla sobre el papel de filtro. Si el aspecto de la gota sobre el papel de filtro no es todavía claro, se hará el ensayo sobre la placa de vidrio, como se indica a continuación.
- 3.2.1.8. La gota de la mezcla se coloca sobre la láminas de vidrio, mantenida formando un ángulo de 45° con la horizontal. Si la gota fluye formando en el centro de su camino una raya mate oscura, el contorno de la cual queda bien definido frente a la zona exterior lisa, clara, brillante y parda cuando se observa la lámina de vidrio con luz reflejada contra un fondo oscuro, el ensayo se considerará como positivo.
- 3.2.1.9. Si, por el contrario, la gota fluye formando una película uniforme, clara, brillante y parda, sin la raya central descrita en el párrafo anterior, el ensayo se considerará como negativo.
- 3.2.2. Ensayo cuantitativo. Equivalente de xileno.
- 3.2.2.1. El procedimiento seguido en el ensayo del equivalente de xileno, será el mismo que el descrito anteriormente, excepto que el disolvente estará compuesto de xileno y heptano normal o xileno y nafta normalizada, según se requiera.
- 3.2.2.2. Para determinar el equivalente de xileno se dis-

persan dos o más muestras del material a ensayar en la mezcla de disolventes, variando el porcentaje de xileno en incrementos del 5 % en volumen. El ensayo se continuará hasta que se encuentren dos soluciones, una de las cuales dé resultado positivo, mientras que la siguiente (en la cual el disolvente contiene 5 % más de xileno) da un resultado negativo.

- 3.2.2.3. Cuando la aceptación de un material está basada en un determinado equivalente de xileno, no necesita ser determinado el porcentaje exacto de xileno más bajo que produce un resultado negativo. La muestra puede ensayarse con un disolvente compuesto de xileno y heptano normal o de xileno y nafta normalizada, según se requiera. Cualquier material que dé un resultado negativo para este disolvente se considerará que tiene un equivalente de xileno menor que aquel que sea requerido. Por ejemplo, «menor del 35 % de equivalente heptano-xileno» o «menor que 20 % de equivalente nafta-xileno».

4. RESULTADOS

4.1. Cálculos.

- 4.1.1. El equivalente de xileno se calcula en porcentajes de xileno, en intervalos del 5 % para suprimir la mancha (cambio de positivo o negativo).

4.2. Expresión.

- 4.2.1. *Ensayo cualitativo.*—El resultado se expresará simplemente como negativo o positivo.
- 4.2.2. *Ensayo cuantitativo.*—El equivalente de xileno se expresará por el porcentaje de xileno en los dos disolventes usados. Por ejemplo, equivalente heptano-xileno de 20-25 % y significa que el resultado era positivo con 20 % de xileno y negativo con 25 %.

5. OBSERVACIONES

- 5.1. Al calentar el matraz, con objeto de distribuir la muestra en una película delgada, evitar el sobrecalentamiento.
- 5.2. Asegurarse de que los disolventes empleados cumplen los requisitos indicados de pureza. Los disolventes impuros constituyen la mayor fuente de error.
- 5.3. Al manejar los disolventes orgánicos requeridos, se aconseja evitar la inhalación de sus vapores.