

SEDIMENTACIÓN Y ESTABILIDAD DE LAS EMULSIONES ASFÁLTICAS DURANTE EL ALMACENAMIENTO

INV E – 764 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Esta norma se refiere a la capacidad de una emulsión asfáltica para permanecer como una dispersión uniforme durante el almacenamiento. Se aplica a emulsiones asfálticas compuestas principalmente por una base de asfalto semisólido o líquido, agua y un agente emulsificante.
- 1.2** Esta norma reemplaza la norma INV E-764-07.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

- 2.1** Mediante este método de ensayo se determinan las diferencias en el porcentaje de residuo de muestras de emulsión tomadas de las partes superior e inferior de un cilindro en el que se simula el almacenamiento de la emulsión durante un lapso especificado. El resultado se expresa mediante la diferencia en los porcentajes de residuo de las muestras tomadas de las partes superior e inferior del cilindro.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1** Este método de ensayo es útil para determinar, en un plazo relativamente breve, la estabilidad durante el almacenamiento o la sedimentación de una emulsión asfáltica. El ensayo mide la permanencia de la emulsión como dispersión, pero no pretende medir otros aspectos de la estabilidad del producto, relacionados con sus aplicaciones.

4 EQUIPO

- 4.1** *Probetas* – De 500 ml de capacidad, con base de vidrio comprimido o moldeado y tapón de corcho, caucho o vidrio, con diámetro exterior de 50 ± 5 mm.

Nota 1: Una alternativa, es un cilindro de vidrio con dos tubos cortos laterales de salida de pequeño diámetro, situados a los niveles adecuados para la toma de las muestras superior e inferior de la emulsión (Figura 764 - 1). El cierre de los tubos durante el ensayo se puede realizar simplemente mediante tubos de caucho y pinzas.

- 4.2 *Pipeta* – Una pipeta de vidrio, de 50 ml de capacidad, o un sifón de tamaño y forma adecuados.
- 4.3 *Vasos de precipitados* – Dos vasos de precipitados metálicos o de vidrio, de 1000 ml de capacidad.
- 4.4 *Horno* – Capaz de mantener una temperatura de $163 \pm 3^\circ \text{F}$.
- 4.5 *Balanza* – Una balanza con capacidad de 1000 g y posibilidad de lectura de 0.1 g.
- 4.6 *Varillas para agitar* – De vidrio o metal, con extremos redondeados.



Figura 764 - 1. Cilindros con tubos laterales de salida

5 ACONDICIONAMIENTO DE LA MUESTRA PARA EL ENSAYO

- 5.1 Todas las muestras de emulsión se deben agitar antes del ensayo, para obtener homogeneidad.
- 5.2 Las emulsiones a las cuales se les requiera determinar la viscosidad a 50°C , se deberán calentar dentro de un horno o un baño de agua a $50 \pm 3^\circ \text{C}$ ($122 \pm 5^\circ \text{F}$), manteniéndolas en sus recipientes originales, los cuales deberán estar

ventilados para aliviar la presión. Luego de que las muestras alcancen $50 \pm 3^\circ \text{C}$ ($122 \pm 5^\circ \text{F}$), se deberán agitar para mantener la homogeneidad.

- 5.3** Las emulsiones a las cuales se les requiera determinar la viscosidad a 25°C , se deberán mezclar o agitar a $25 \pm 3^\circ \text{C}$ ($77 \pm 5^\circ \text{F}$) en sus recipientes originales hasta obtener homogeneidad.

Nota 2: Si es necesario, las emulsiones que se deban ensayar a 25°C se pueden calentar como se indica en el numeral 5.2. Si se usa este procedimiento, la muestra se deberá enfriar posteriormente a $25 \pm 3^\circ \text{C}$ ($77 \pm 5^\circ \text{F}$), antes de proceder a su ensayo.

6 PROCEDIMIENTO

- 6.1** Se lleva la muestra representativa de la emulsión a la temperatura del laboratorio, usualmente entre 22 y 28°C . Se vierten dentro de la probeta 500 ml de muestra (Figura 764 - 2), se tapa herméticamente y se deja en completo reposo por 24 horas si se va a determinar la estabilidad en el almacenamiento o por 5 días si se va a realizar el ensayo de sedimentación. Al final del tiempo especificado, se sacan, por medio de la pipeta o el sifón, aproximadamente 55 ml de la parte superior de la probeta, procurando no alterar el resto de la muestra (nota 3). Se agita completamente la porción extraída para homogeneizarla.

Nota 3: Si se emplea la probeta con salidas laterales, el sifonamiento no es necesario. En este caso, la toma de la muestra se realiza simplemente dejando fluir los 55 ml de emulsión a través del tubo de salida superior. Para obtener la muestra inferior, basta con vaciar el resto de la probeta hasta el nivel del segundo tubo (aproximadamente 390 ml).



Figura 764 - 2. Vertimiento de la emulsión dentro de la probeta

- 6.2** Se pesan 50 ± 0.1 g de la muestra superior en un vaso de precipitados de 1000 ml previamente tarado, incluyendo una varilla de vidrio.
- 6.3** Después de extraer la muestra de la parte superior, se extraen cuidadosamente, con sifón o pipeta los siguientes 390 ml de la probeta (nota 3). Se agita el resto de emulsión que queda en la parte inferior del cilindro. Se pesan 50 ± 0.1 g de esta porción remanente en un vaso de precipitados de 1000 ml previamente tarado, incluyendo una varilla de vidrio.
- 6.4** Se ajusta la temperatura del horno a $163 \pm 3^\circ$ C y se colocan los dos vasos de precipitados con las varillas y las muestras dentro de él, durante 2 horas. Al final de este período se retiran los vasos del horno y se agita completamente cada residuo con la varilla respectiva. Se llevan de nuevo los dos vasos al horno durante 1 hora. Finalmente, se dejan enfriar a temperatura ambiente y se pesan con las varillas (Ver norma de ensayo INV E-771).

Nota 4: Se debe tener cuidado para evitar la pérdida de asfalto del vaso de precipitados por formación de espuma y/o salpicaduras. Un procedimiento puede consistir en colocar los vasos de precipitados en un horno frío o tibio, llevando posteriormente la temperatura de manera gradual hasta 163° C. Si se prefiere, se puede realizar una evaporación preliminar del agua sobre una placa de calentamiento, llevando luego las muestras a 163° C durante 1 hora.

7 CÁLCULOS

- 7.1** Se calcula el porcentaje de residuo de la muestra superior (R_s), con la expresión:

$$R_s = 2 (A - A) \quad [764.1]$$

Donde: A': Masa del conjunto vaso + varilla + residuo de la muestra de la parte superior (Ver numeral 6.4), g;

A: Masa del conjunto vaso + varilla usados para colocar los 50 g de emulsión de la parte superior (Ver numeral 6.2), g;

- 7.2** Se calcula el porcentaje de residuo de la muestra inferior (R_i), con la expresión:

$$R_s = 2(B - B) \quad [764.2]$$

Donde: B': Masa del conjunto vaso + varilla + residuo de la muestra de la parte inferior (Ver numeral 6.4), g;

B: Masa del conjunto vaso + varilla usados para colocar los 50 g de emulsión de la parte inferior (Ver numeral 6.3), g.

7.3 Se calculan la estabilidad durante el asentamiento o la sedimentación de la emulsión, con las expresiones:

$$\text{Estabilidad durante el almacenamiento, \% (24 h)} = R_i - R_s \quad [764.3]$$

$$\text{Sedimentación, \% (5 días)} = R_i - R_s \quad [764.4]$$

Donde: R_s : Porcentaje de residuo de la muestra superior;

R_i : Porcentaje de residuo de la muestra inferior.

Nota 5: Si en un ensayo, tanto el porcentaje de residuo superior como el inferior son mayores que la concentración de la emulsión, el resultado se considera sospechoso, debiéndose repetir el ensayo. Lo mismo acontece si ambos son menores que la concentración de la emulsión.

7.4 Se reporta como resultado del ensayo el valor de estabilidad o de sedimentación, el que se haya determinado.

8 PRECISIÓN Y SESGO

8.1 *Precisión* – Se deberá emplear el siguiente criterio para juzgar la aceptabilidad de los resultados, con probabilidad del 95 %:

8.1.1 *Repetibilidad* – Ensayos duplicados realizados por el mismo operador se considerarán aceptables, si no difieren en más de las siguientes cantidades:

Estabilidad en el almacenamiento: 0.5 % en masa.

SEDIMENTACIÓN 5 DÍAS % EN MASA	REPETIBILIDAD
0 a 1.0	0.4 % en masa
> 1.0	5 % del promedio

8.1.2 *Reproducibilidad* – Ensayos realizados sobre una muestra igual en dos laboratorios diferentes se considerarán aceptables, si no difieren en más de las siguientes cantidades:

Estabilidad en el almacenamiento: 0.6 % en masa

SEDIMENTACIÓN 5 DÍAS % EN MASA	REPRODUCIBILIDAD
0 a 1.0	0.8 % en masa
> 1.0	10 % del promedio

- 8.2 Sesgo** – El sesgo de este método de ensayo no se puede determinar, por cuanto no se dispone de un material que presente un valor de referencia aceptable.

9 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM D 6930 – 10

NLT – 140/99