

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
419:1997**

**MATERIALES
BITUMINOSOS.
DETERMINACIÓN DEL
PUNTO DE
REBLANDECIMIENTO.
MÉTODO DE ANILLO
Y BOLA**

(1^{era} Revisión)



PDVSA



COVENIN

PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN 419-77, fue elaborada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización CT4 Petróleo, gas y sus derivados por el Subcomité Técnico SC5 Métodos de ensayo a través del convenio de cooperación suscrito entre Petróleos de Venezuela, S.A. (PDVSA) y FONDONORMA, siendo aprobada por la COVENIN en su reunión N° 149 de fecha 12/11/97.

En la elaboración de esta Norma participaron las siguientes entidades: Ministerio de Energía y Minas, INTEVEP, S.A., INVEAS, FUNDALANAVIAL, DELTAVEN, LAGOVEN, S.A., CORPOVEN, S.A., MARAVEN, S.A., Industria Productos Asfálticos (I.P.A.).



NORMA VENEZOLANA
MATERIALES BITUMINOSOS.
DETERMINACIÓN DEL PUNTO
DE REBLANDECIMIENTO.
MÉTODO DE ANILLO Y BOLA

COVENIN
419:1997
(1^{era} Revisión)

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana contempla el método de ensayo, mediante la aplicación de un aparato de anillo y bola, para determinar el punto de reblandecimiento de materiales bituminosos que se reblandecen a temperaturas comprendidas entre los 30 °C y 200 °C.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa.

3 DEFINICIONES Y TERMINOLOGÍA

Para los propósitos de esta Norma Venezolana, se aplica la siguiente definición:

Punto de reblandecimiento: Es la temperatura a la cual una muestra circular (disco) del material a ensayar, contenida en un anillo en posición horizontal, es forzada hacia abajo una distancia de 25,4 mm bajo el peso de una bola de acero, mientras el material sumergido en un baño de agua o glicerina, es sometido a calentamiento a una velocidad previamente establecida (véase la nota 1).

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 Aparatos

4.1.1 Dos anillos con borde de latón, cuyas dimensiones deben corresponder a las indicadas en la figura 1 (a).

4.1.2 Dos bolas de acero, con un diámetro de 9,53 mm y un peso comprendido entre 3,45 gramos y 3,55 gramos.

4.1.3 Centrador de bola. Es una guía o dispositivo que permite centrar la bola, construida en latón con las dimensiones indicadas en la figura 1 (b).

4.1.4 Baño. Recipiente de vidrio refractario con unas dimensiones mínimas de 8,5 cm de diámetro y 12 cm de profundidad, medidos desde la parte inferior del borde de la boca del recipiente. Un beaker tipo Griffin de 800 ml, de vidrio resistente al calor, llena los requisitos exigidos.

4.1.5 Dos porta-anillos. Los anillos se deben soportar mediante un porta-anillos de latón, figura 1 (c), el cual se coloca en la forma ilustrada en la figura 1 (d).

NOTA 1 - En los materiales bituminosos el reblandecimiento no se produce a una temperatura exacta. A medida que aumenta la temperatura, éstos pierden gradual e imperceptiblemente, su carácter frágil o excesivamente espeso, transformándose en líquidos más blandos y menos viscosos. Por ello, la determinación del punto de reblandecimiento requiere un método fijo, arbitral y claramente definido, para que los resultados sean comparables.

4.1.5.1 Los anillos se deben colocar en posición horizontal a 25,4 mm de distancia entre la parte inferior de éstos y la cara superior de la chapa inferior del porta-anillos.

4.1.5.2 La distancia entre la chapa inferior del porta-anillos y el fondo del baño no debe ser menor de 12,7 mm ni mayor de 19,05 mm.

4.1.5.3 La profundidad del líquido en el baño debe ser de 101,6 mm como mínimo.

4.1.6 Un termómetro, cuya selección depende de si el ensayo se realiza a bajas o altas temperaturas. En cada caso, debe cumplir con los requisitos establecidos en la tabla 1.

4.1.6.1 El termómetro se debe sujetar en forma tal que la parte inferior del bulbo quede al mismo nivel de la parte inferior de los anillos, con una separación de 12,7 mm (0,5 pulgadas) entre el bulbo y los anillos, sin que haya contacto con ninguno de ellos.

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consiste en una muestra de material bituminoso en cantidad suficiente para llenar los anillos y efectuar las pruebas por duplicado, aproximadamente 200 gramos.

6 CONDICIONES DE ENSAYO

6.1 Es esencial el uso de agua destilada recién hervida, ya que, en caso contrario, pueden formarse burbujas de aire en la muestra y afectar los resultados.

6.2 Es imperativo que se sigan al pie de la letra las instrucciones relativas a la velocidad de calentamiento requerida para que los resultados sean reproducibles.

6.3 Debido a los posibles riesgos para la salud que implica la negligencia en el uso del mercurio, es necesario acatar siempre los siguientes preceptos:

6.3.1 El mercurio debe ser almacenado en un lugar fresco, dentro de un recipiente cerrado.

6.3.2 Se debe evitar todo derrame de mercurio.

6.3.3 Se deben eliminar los vapores de mercurio trabajando bajo una campana protectora bien ventilada.

6.3.4 Las chapas de latón y otros instrumentos y equipos amalgamados deben conservarse a una temperatura no superior a la temperatura ambiente normal.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Se calienta la muestra, evitando sobrecalentamientos locales, se agita constantemente hasta que adquiera suficiente fluidez para verterse. Se debe evitar que la temperatura ascienda en más de 56 °C del punto de reblandecimiento esperado, en el caso de alquitranes de hulla, o en más de 111 °C del punto de reblandecimiento esperado, en los asfaltos. Se debe evitar que se introduzcan burbujas de aire, en la muestra.

7.1.2 Cuando se trata de una muestra de asfalto, su período de calentamiento no debe ser superior a dos horas para que la muestra llegue a su punto de fluidez. Para alquitranes de hulla es necesario llegar al punto de fluidez en el lapso más breve posible, y de ninguna manera se debe exceder de los 30 minutos.

7.1.3 Se vierte la muestra caliente en los dos anillos previamente calentados a una temperatura aproximadamente igual a la del punto de fluidez del material. Durante este proceso los anillos se deben apoyar en una chapa de latón, la cual ha sido amalgamada a fin de evitar que los materiales bituminosos se adhieran a ella.

7.1.4 Se dejan enfriar los anillos con la muestra como mínimo durante 30 minutos; de ningún modo se debe permitir que transcurra un lapso superior a 240 minutos antes de completar el ensayo.

7.1.5 Las muestras de materiales que sean blandos a temperatura ambiente deben enfriarse por un lapso no menor de 30 minutos a una temperatura mínima de 8 °C por debajo de la que corresponde al punto de reblandecimiento probable.

7.1.6 Una vez enfriada la muestra, se corta cuidadosamente su exceso con un cuchillo o espátula, ligeramente precalentada.

7.1.7 En caso de que se repita el ensayo se debe usar una nueva muestra y un recipiente limpio.

7.2 Procedimiento para materiales con un punto de reblandecimiento igual o inferior a 80 °C.

7.2.1 Se realiza el montaje del equipo colocando los anillos, el termómetro y el centrador de bola en sus posiciones correctas (según la figura N° 1), se lleva el baño con agua destilada cuya temperatura debe ser de 5 °C \pm 1 °C hasta una profundidad no menor de 101,6 mm y no mayor de 108 mm. La temperatura del baño se debe mantener a 5 °C por 15 minutos, colocando el recipiente en agua helada si es necesario. Se coloca en cada centrador una bola previamente ajustada a la temperatura del baño, usando pinzas si es necesario.

7.2.2 Se procede al calentamiento de manera tal que la temperatura del líquido se eleve a razón de 5 °C por minuto. Se debe evitar el efecto de corrientes de aire, utilizando protectores si fuera necesario. Para el calentamiento se puede utilizar un mechero a gas o un calentador eléctrico; sin embargo, si se usa este último, debe ser del tipo de acción lenta y potencia ajustable, a fin de mantener el ritmo gradual de calentamiento que se requiere en este caso.

7.2.3 La velocidad de aumento de la temperatura debe ser uniforme y no debe ser promediada durante el período de ensayo. La variación máxima permisible por cada lapso de un minuto después de transcurridos los tres primeros es de \pm 0,5 °C; si no se ajusta a estos límites se descarta el ensayo.

7.2.4 Se anota la temperatura que indica el termómetro, en el momento en que la muestra que circunda la bola toque la capa del fondo. No se deben hacer correcciones para el vástago emergente del termómetro. Si la diferencia entre los dos valores obtenidos en el ensayo es mayor de 1 °C se repite el ensayo.

7.3 Procedimiento para materiales con un punto de reblandecimiento mayor de 80 °C

7.3.1 Se aplica el mismo procedimiento descrito en 7.2, pero utilizando para el baño glicerina grado farmacéutico (USO) en lugar de agua. La temperatura inicial del baño de glicerina debe ser de 32 °C.

8 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

El punto de reblandecimiento se expresa como el promedio de determinaciones por duplicado, con aproximación al 0,5 °C más cercano.

9 PRECISIÓN

Los siguientes criterios deben adoptarse para juzgar la aceptabilidad de los resultados obtenidos (95 % de confiabilidad).

9.1 Repetibilidad. Los puntos de reblandecimiento obtenidos en duplicado por el mismo operador no deben ser considerados sospechosos a no ser que ellos difieran en más de 1,1 °C. El estimado de la desviación estándar es 0,73.

9.2 Reproducibilidad. Los puntos de reblandecimiento reportados por cada uno de dos laboratorios diferentes no deben ser considerados sospechosos a menos que ellos difieran en más de 2,0 °C.

El estimado de la desviación estándar es 1,26.

9.3 Lo que se expresa como precisión se basa en los siguientes datos estadísticos relativos a pruebas efectuadas:

	<u>Repetibilidad</u>	<u>Reproducibilidad</u>
Número de muestras	3	3
Número de laboratorios	10	10
Número de resultados reportados por cada laboratorio	2	2
Grados de libertad	29	29

10 INFORME

El informe debe contener como mínimo la siguiente información:

10.1 Número, tipo de muestra o cualquier otra indicación que la identifique.

10.2 Punto de reblandecimiento como el promedio de dos determinaciones.

10.3 Cuando se ensayan materiales cuyo punto de reblandecimiento ocurre a los 80 °C aproximadamente, se debe reportar la naturaleza del líquido utilizado en el baño (agua o glicerina), ya que un baño con glicerina produce resultados superiores a los dados por un baño de agua.

BIBLIOGRAFÍA

ASTM D-36-95 *Standard test method for softening point of bitumen (Ring-and-Ball apparatus)*, Annual Book of ASTM Standards, Vol. 04.04, American Society for Testing and Materials, 1995.

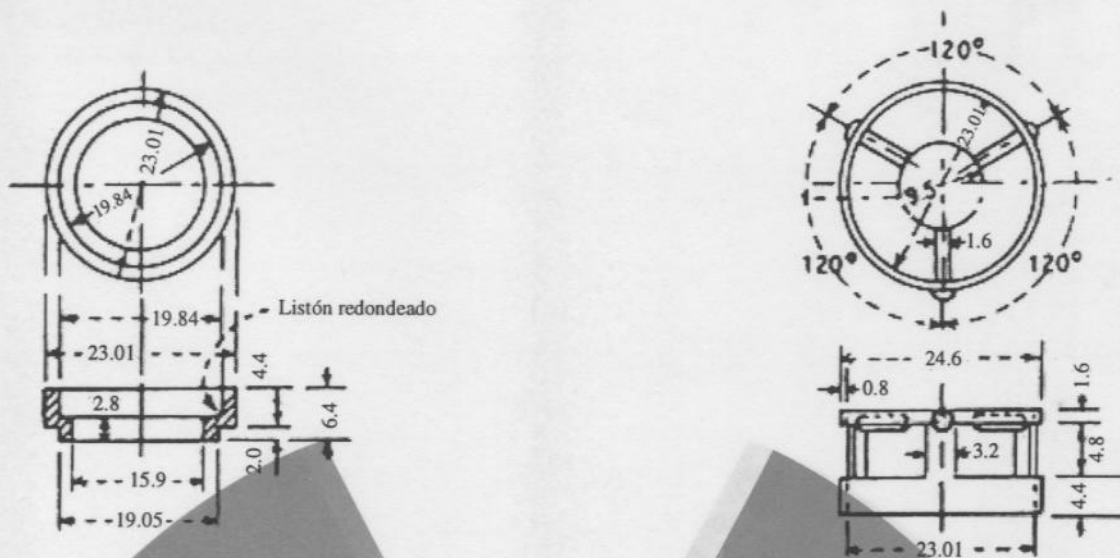
NF T 66-008-79 *Determination du point de ramollissement des produits bituminex. Methode bille et anneau.* Association Francaise de Normalisation.

Participaron en esta revisión:

Maricarmen Galbán, José Lucambio, Herbert Lynch, José Ojeda, José Luis Rosales, Yubiri Vásquez.

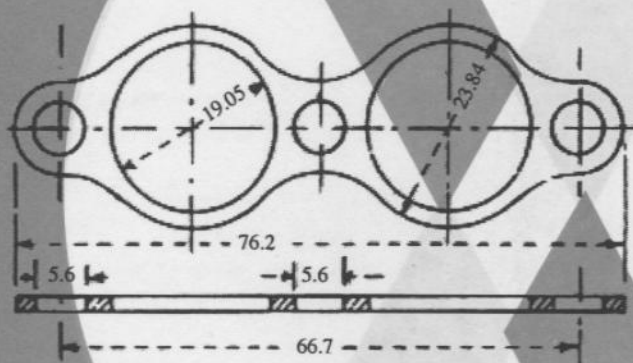
Tabla 1 - Especificaciones para termómetros

Punto de reblandecimiento, °C	Igual o menor de 80	Mayor de 80
Intervalo, °C	-2 a 80	30 a 200
Inmersión	total	total
Subdivisiones, °C	0,2	0,5
Líneas largas, cada, °C	1	1
Numeración, cada, °C	2	5
Máximo error de la escala, °C	0,2	0,3
Máximo calentamiento permitido, °C	130	250
Longitud total, mm	397 ± 5	397 ± 5
Bulbo:		
Longitud, mm	0°C	30°C
Diámetro externo, mm	4,5 a 5,5	4,5 a 5,5
Localización de la escala:		
Distancia desde el fondo del bulbo a la línea de:	0°C	30°C
Distancia, mm	75 a 90	75 a 90
Distancia desde el fondo del bulbo a la línea de:	80°C	200°C
Distancia, mm	333 a 354	333 a 354

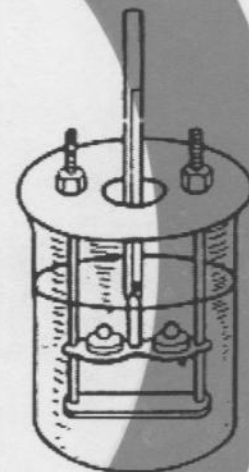


(a) Anillo con borde

(b) Centrador de bola



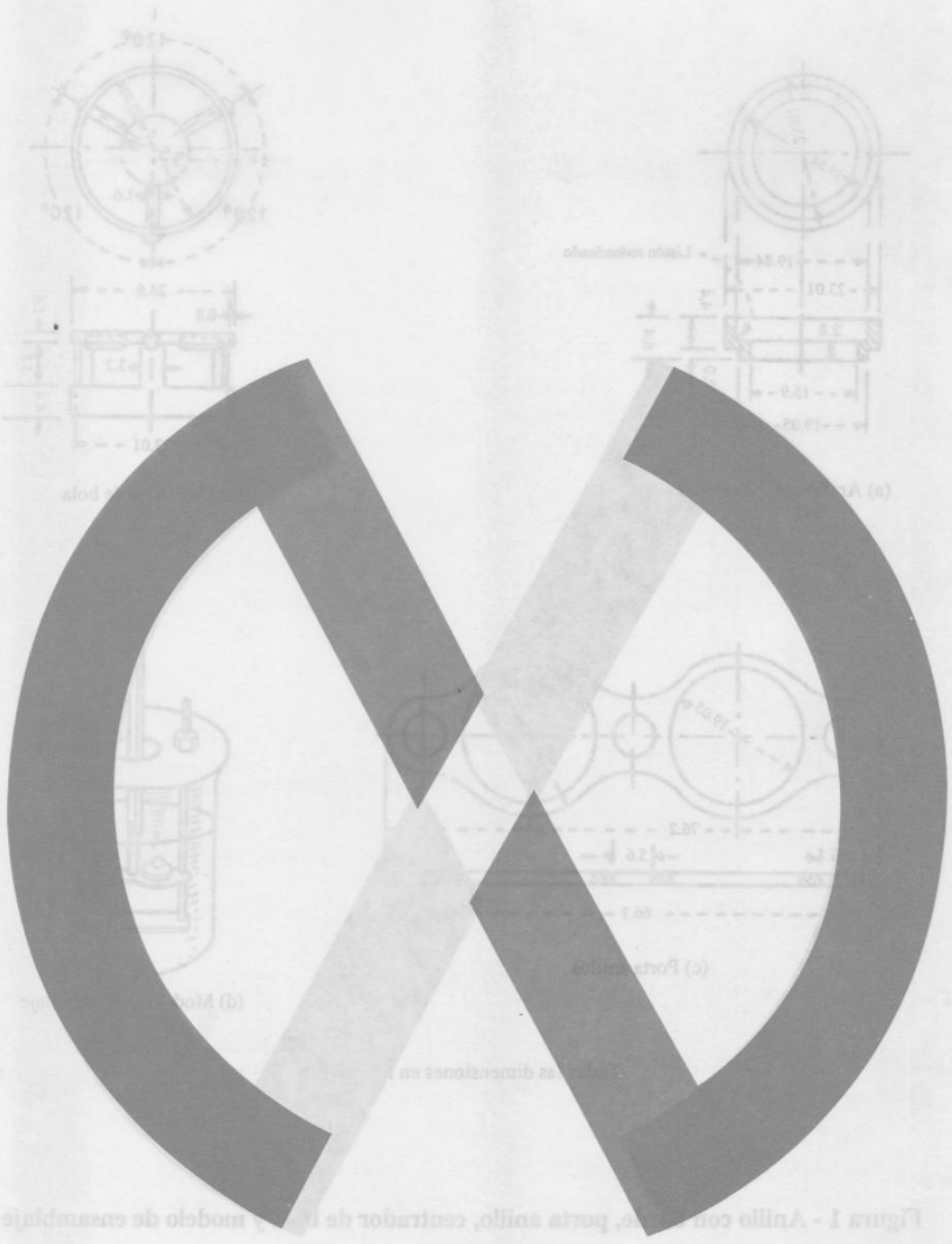
(c) Porta anillos



(d) Modelo de ensamblaje

Todas las dimensiones en milímetros

Figura 1 - Anillo con borde, porta anillo, centrador de bola y modelo de ensamblaje



COVENIN
419:1997

CATEGORÍA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



I.C.S: 75.140

ISBN: 980-06-1976-3

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Material bituminoso, punto de reblandecimiento, método de anillo y bola.