



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TERMOMECAÑICAS,
TEMPERATURA DE ABLANDAMIENTO Y PENETRACIÓN, DE
ASFALTOS CON DIFERENTE RELACIÓN ASFALTENOS-MALTENOS,
MODIFICADOS CON UN COPOLÍMERO RADIAL DE ALTO PESO
MOLECULAR DE ESTIRENO-BUTADIENO**

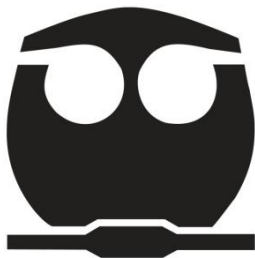
TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA

ARIEL MAURICIO ANTONIO PEÑA AVILA



MÉXICO, D.F.

2015



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado Asignado

PRESIDENTE: M. en I. Rodolfo Ruiz Trejo

VOCAL: Dr. Filiberto Rivera Torres

SECRETARIO: Dr. Milton Thadeu García Medeiros de Oliveira

1er. SUPLENTE: Ing. Antonio García Vila

2° SUPLENTE: M. en C. Hugo Ortiz Moreno

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

UNAM. Facultad de Química.

Conjunto E. Laboratorio 213

ASESOR DEL TEMA:

M. en I. Rodolfo Ruiz Trejo

SUSTENTANTE:

Ariel Mauricio Antonio Peña Avila

CONTENIDO

| | |
|--|----|
| Resumen | 1 |
| Introducción | 2 |
| Objetivo | 4 |
| Metodología de Trabajo | 4 |
| 1 Antecedentes..... | 5 |
| 1.1 Asfalto | 5 |
| 1.2 Materiales de Origen Natural | 6 |
| 1.3 Materiales Fabricados | 7 |
| 1.4 Composición y Propiedades | 11 |
| 1.5 Modelo Micelar del Asfalto..... | 11 |
| 1.6 Análisis Elemental | 17 |
| 1.7 Durabilidad | 18 |
| 1.8 Índice de Penetración | 19 |
| 1.9 Pruebas y Especificaciones | 21 |
| 1.10 Graduación de Viscosidad | 27 |
| 1.11 Agregados | 28 |
| 1.12 Asfalto Modificado | 29 |
| 1.13 Agentes Modificadores | 29 |
| 1.14 Asfalto Modificado con Polímero..... | 30 |
| 1.15 Polímeros Termoplásticos | 31 |
| 1.16 Copolímeros de Bloque | 32 |
| 1.17 Peso Molecular Promedio..... | 33 |
| 1.18 Cromatografía GPC | 35 |
| 1.19 Microscopía de Fluorescencia | 40 |
| 2 Desarrollo Experimental..... | 41 |
| 2.1 Separación del asfalto | 43 |
| 2.2 Reconstitución y modificación del asfalto..... | 52 |
| 2.3 Caracterización del asfalto..... | 59 |
| 2.4 Caracterización del polímero | 66 |
| 3 Análisis | 68 |

| | | |
|-----|---|-----|
| 3.1 | Penetración | 68 |
| 3.2 | Temperatura de ablandamiento | 71 |
| 3.3 | Índice de penetración | 73 |
| 3.4 | Microscopía de fluorescencia | 74 |
| 3.5 | Cromatografía GPC | 76 |
| 4 | Conclusiones | 78 |
| | Referencias | 79 |
| | Anexo I. Resultados Experimentales | 83 |
| | Anexo II. Normas ASTM | 88 |
| | Anexo III. Tecnología de Mezclado | 131 |
| | Anexo IV. Guía del Rango de Temperatura de Instrumentos | 137 |

Índice de tablas

| | | |
|------------|--|----|
| Tabla 1.1. | Análisis elemental de asfaltos de petróleo..... | 18 |
| Tabla 1.2. | Índices de Penetración..... | 20 |
| Tabla 1.3. | Ventajas y desventajas de las graduaciones de viscosidad | 28 |
| Tabla 1.4. | Grados de viscosidad AASHTO M226 y ASTM D3381. (21) | 28 |
| Tabla 2.1. | Material y Equipo Utilizados | 41 |
| Tabla 2.2. | Asfaltenos Recuperados | 47 |
| Tabla 2.3. | Destilación | 49 |
| Tabla 2.4. | Balance de masa | 50 |
| Tabla 3.1. | Susceptibilidad a la penetración..... | 73 |
| Tabla 3.2. | Índice de penetración..... | 73 |

Índice de figuras

| | |
|---|----|
| Figura 1.1. Comparación entre Asfalto de Desasfaltación por Propano y Asfalto de Destilación al Vacío. Crudo de Lagunillas, Venezuela | 8 |
| Figura 1.2. Comparación entre Crudo Base, Residuos y Asfalto de Propano | 9 |
| Figura 1.3. Modelo Micelar del Asfalto | 12 |
| Figura 1.4. Estructura Química de los Asfaltenos | 13 |
| Figura 1.5. Estructura Química de Compuestos Saturados..... | 13 |
| Figura 1.6. Estructura química de las Resinas | 13 |
| Figura 1.7. Estructura química de los Compuestos Aromáticos | 14 |
| Figura 1.8. Esquema simplificado de la separación del Asfalto en 6 componentes..... | 16 |
| Figura 1.9. Modelo Micelar de asfalto tipo Sol (Izquierda) y asfalto tipo Gel (Derecha).... | 21 |
| Figura 1.10. Arquitecturas poliméricas. (a) Estrella. (b) Peine. (c) Escalera. (d) Semiescalera. (e) Poliroxatano. (f) Policatenado. (g) Dendrítrica..... | 30 |
| Figura 1.11. Arquitectura de copolímeros. (a) Alternante. (b) Aleatorio. (c) En bloque. (d) Injertado..... | 31 |
| Figura 1.12. Representación de un copolímero SBS de bloque | 32 |
| Figura 1.13. Isómeros del polibutadieno | 33 |
| Figura 1.14. Esquema de distribución simple de pesos moleculares promedios | 34 |
| Figura 1.15. Esquema de cromatografía GPC | 35 |
| Figura 1.16. Cromatograma típico simple | 36 |
| Figura 1.17. Curva de calibración Universal..... | 38 |
| Figura 1.18. Esquema del equipo GPC típico | 39 |
| Figura 2.1. Digestión..... | 44 |
| Figura 2.2. Filtración al vacío | 45 |
| Figura 2.3. Filtrados | 46 |
| Figura 2.4. Asfaltenos | 46 |

| | |
|---|----|
| Figura 2.5. Comparación de papeles filtro usados | 47 |
| Figura 2.6. Destilación | 48 |
| Figura 2.7. Maltenos | 49 |
| Figura 2.8. Digestión con reactor | 51 |
| Figura 2.9. Destilación en reactor | 52 |
| Figura 2.10. Equipo de reconstitución y modificación del asfalto | 56 |
| Figura 2.11. Modificaciones de asfalto con polímero V2411. As10 (a) 1 %, (b) 2 %, (c) 8 % y As30 (d) 1 %, (e) 2 %, (f) 8%. | 58 |
| Figura 2.12. Prueba de segregación | 59 |
| Figura 2.13. Haz de tubos..... | 60 |
| Figura 2.14. Prueba de penetración..... | 61 |
| Figura 2.15. Penetrómetro y control de temperatura | 62 |
| Figura 2.16. Prueba de temperatura de ablandamiento | 63 |
| Figura 2.17. Anillo con asfalto..... | 64 |
| Figura 2.18. Anillos con asfalto y balines montados..... | 64 |
| Figura 2.19. Ruptura en prueba de temperatura de ablandamiento | 65 |
| Figura 2.20. Prueba de microscopía de fluorescencia..... | 66 |
| Figura 3.1. Microscopía de fluorescencia en asfalto As10 M..... | 75 |
| Figura 3.2. Microscopía de fluorescencia en asfalto AC-20 M..... | 75 |
| Figura 3.3. Microscopía de fluorescencia en asfalto As10 M..... | 75 |

Índice de ecuaciones

| | |
|--|----|
| Ecuación 1.1. Índice de Estabilidad Coloidal..... | 17 |
| Ecuación 1.2. Susceptibilidad a la penetración | 19 |
| Ecuación 1.3. Índice de Penetración..... | 20 |

| | |
|--|----|
| Ecuación 1.4. Índice de Penetración (Elsevier Company)..... | 20 |
| Ecuación 1.5. Peso Molecular Numeral Promedio | 33 |
| Ecuación 1.6. Peso Molecular Ponderal Promedio | 34 |
| Ecuación 1.7. Peso Molecular Ponderal Promedio Z | 34 |
| Ecuación 1.8. Peso Molecular Ponderal Promedio de Viscosidad..... | 34 |
| Ecuación 1.9. Índice de Polidispersidad..... | 34 |
| Ecuación 1.10. Volumen de Elución..... | 36 |
| Ecuación 1.11. Relación masa-altura..... | 36 |
| Ecuación 1.12. Peso Molecular Numeral Promedio. En función de la altura | 37 |
| Ecuación 1.13. Peso Molecular Ponderal Promedio. En función de la altura | 37 |
| Ecuación 1.14. Peso Molecular Ponderal Promedio Z. En función de la altura | 37 |
| Ecuación 1.15. Número de Viscosidad Límite | 38 |
| Ecuación 1.16. Correlación Mark-Houwink-Sakurada | 39 |
| Ecuación 1.17. Resolución de las correlaciones Mark-Houwink-Sakurada | 39 |
| Ecuación 2.1 | 53 |
| Ecuación 2.2..... | 53 |
| Ecuación 2.3..... | 53 |
| Ecuación 2.4..... | 54 |
| Ecuación 2.5..... | 55 |

Resumen

El asfalto es uno de los derivados del petróleo más importantes y más utilizados en la industria. Su principal uso se encuentra en la pavimentación de calles y carreteras gracias a su alta adhesión, resistencia e impermeabilidad. La composición del asfalto varía dependiendo del sitio de extracción y del proceso por el cual se obtienen los asfaltos.

Los principales componentes del asfalto se pueden agrupar en maltenos y asfaltenos. Los maltenos son aquella fracción de hidrocarburos solubles en hidrocarburos saturados, constituidos por compuestos saturados, anillos aromáticos y resinas, poseen bajos puntos de ebullición. Los asfaltenos, por el contrario, son sólidos de mayor peso molecular y con altos puntos de ebullición, constituidos por estructuras cíclicas, aromáticos con moléculas de oxígeno, azufre, nitrógeno y metales. A través de una extracción con *n*-heptano se puede lograr la separación del asfalto en ambas fracciones: asfaltenos y maltenos.

Para poder comparar diferentes tipos de asfalto se propone la utilización de asfaltos obtenidos por reconstitución al mezclar maltenos con asfaltenos. Al variar la relación entre ambas partes se obtienen asfaltos de diferente composición, los cuales se denominan como asfaltos modelo. Se desea mejorar la resistencia a fluir a altas temperaturas y reducir sensibilidad a la temperatura. En el presente trabajo, con objeto de mejorar estas propiedades, el asfalto fue modificado con un copolímero radial de alto peso molecular de designación comercial Vector V2411 (estireno-butadieno). Se usó asfalto AC-20 de la Refinería de Salamanca, México.

La caracterización de los asfaltos modificados obtenidos se efectuó determinando las propiedades termomecánicas temperatura de ablandamiento y penetración. Desde un punto de vista cualitativo, se observó el grado de homogeneidad y dispersión de la mezcla asfalto-polímero mediante microscopía de fluorescencia. El grado de estabilidad se evaluó con una prueba de segregación, en la cual se simuló condiciones de almacenamiento, es decir, si existe una tendencia natural a la separación entre las fases de polímero y asfalto.

Introducción

Con el crecimiento de las ciudades y la modernización sistemática de las vías de comunicación en las zonas rurales, ha sido necesaria la construcción de más y mejores vías de comunicación terrestres. Actualmente, el asfalto sigue siendo el material de construcción de carreteras más extensamente empleado debido a su bajo costo, en comparación con el concreto hidráulico usado en carpetas de rodamiento vehicular.

El asfalto se sigue utilizando en la construcción de una gama muy amplia de obra civil, como son las pistas en los aeropuertos, ya que debido a sus propiedades viscoelásticas, adhesivas y aglutinantes presenta gran resistencia a impactos. Además de presenta un mejor agarre con el hule de llanta, en comparación con el concreto hidráulico. Estas propiedades se pueden modificar durante su fabricación en las plantas mezcladoras al variar la proporción de sus componentes. El asfalto también es usado como impermeabilizante por sus propiedades hidrofóbicas.

En las últimas dos décadas se han hecho estudios científico-tecnológicos para mejorar las propiedades termomecánicas del asfalto, ya que este tiende a agrietarse a bajas temperaturas y a altas temperaturas se vuelve fluido. (1) Existe una amplia gama de materiales usados para modificar las propiedades del asfalto, sin embargo, los mejores agentes modificadores que se han encontrado son los copolímeros de estireno-butadieno (SB), los cuales pueden mejorar dichas propiedades del asfalto dependiendo de las condiciones del lugar en el cual se desea aplicar, es decir, es posible obtener asfaltos resistentes a climas calurosos o a climas fríos.

México sigue siendo un país abundante en petróleo, pese a que los yacimientos de crudo ligero han disminuido, existen yacimientos de crudo pesado que se pueden refinar a partir del craking y las nuevas tecnologías en la industria petroquímica; el 90 % del asfalto se obtiene de la refinación del petróleo, mientras que sólo un 10 % proviene de yacimientos naturales, por lo que se tiene una producción muy grande de este material, motivo por el cual resulta de mucha

relevancia la producción de asfaltos más resistentes. (2) El desarrollo de esta industria se debe al alto atractivo de los asfaltos modificados con polímeros, compuestos de alta demanda debido a su durabilidad y aplicaciones, de ahí la importancia de conocer las propiedades de los asfaltos modificados y la caracterización de los polímeros comerciales empleados.

Las propiedades del asfalto varían dependiendo del lugar en el cual se extrae el crudo y del proceso empleado para su elaboración. El asfalto utilizado en este estudio fue asfalto AC-20 de la Refinería de Salamanca del año 2012, el cual se mantuvo en condiciones de almacenamiento a temperatura ambiente hasta el año 2014. Los datos obtenidos sólo son aplicables para el lote mencionado, no así la metodología de trabajo, la cual está basada en las normas ASTM. (3)

Los copolímeros SBS Vector 2636, 2518, Taipol 3201 y SBR Solprene 1205 son ejemplos de los polímeros usados en la modificación del asfalto, siendo el Vector 2411 uno de los usados en la Planta de Asfalto de Av. del IMAN en la Ciudad de México y el utilizado en este trabajo de Tesis. (4) Debido a que estos polímeros son elaborados comercialmente, es decir, no se revelan las proporciones exactas de sus componentes, es importante conocer las características de estos a partir de técnicas de caracterización como son la cromatografía de exclusión molecular. (5)

Las propiedades del asfalto que se desean mejorar son una mayor resistencia a fluir a altas temperaturas y una menor sensibilidad a bajas temperaturas. También se desea analizar la estabilidad de la mezcla asfalto-polímero para determinar las mejores condiciones de almacenamiento y transporte.

Las separación del asfalto AC-20 y su reconstitución, así como las pruebas de penetración, temperatura de ablandamiento y segregación se realizaron en el Laboratorio 213 del Conjunto E de la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México en el periodo comprendido entre los meses de enero y junio del año 2014.

Objetivo

Estudiar las propiedades termomecánicas: penetración y temperatura de ablandamiento (método de anillo y balín) de asfaltos reconstituidos con diferentes proporciones asfaltenos-maltenos (asfaltos modelo) modificados con un copolímero de bloque (estireno-butadieno) de estructura radial de alto peso molecular Vector V2411.

Metodología de Trabajo

1. Obtener un lote de maltenos y asfaltenos, a partir de asfalto AC-20 de Salamanca, México, con base en las normas ASTM D3279 y ASTM D4124.
2. A partir de los asfaltenos y maltenos obtenidos, preparar por el método de mezclado en caliente asfalto de composición 10 % P/P asfaltenos - 90 % P/P maltenos y asfalto de composición 30 % P/P asfaltenos - 70 % P/P maltenos.
3. Modificar el asfalto AC-20 y los asfaltos modelos obtenidos con polímero V2411 por el método de mezclado en caliente.
4. Efectuar la prueba de tendencia a la separación de polímero en asfaltos modificados con polímero, denominada por simplicidad prueba de segregación, de acuerdo a la norma ASTM D7173.
5. Efectuar las pruebas de penetración y temperatura de ablandamiento y penetración de acuerdo a las normas ASTM D5 y ASTM D36.
6. Analizar la homogeneidad asfalto-polímero de las muestras utilizando la técnica de microscopía de fluorescencia.
7. Caracterizar el polímero V2411 de acuerdo a la técnica de cromatografía de exclusión molecular.
8. Obtener el índice de penetración y evaluar las posibles aplicaciones del asfalto, así como determinar las mejores condiciones de almacenamiento y transporte de acuerdo a la estabilidad de la muestra.

1 Antecedentes

1.1 Asfalto

Definido por la American Society for Testing and Materials (ASTM) (3) como un material cementante de color café oscuro o negro, compuesto principalmente por betún, puede tener un origen natural o a partir de la destilación del petróleo. Betún es un término genérico definido por ASTM para definir sustancias cementantes (sólidas, semisólidas o viscosas) de color oscuro, naturales o fabricadas compuestas por hidrocarburos de alto peso molecular, típicas en asfaltos, alquitranes, breas y asfaltitas.

Es un material aglomerante, resistente, muy adhesivo, altamente impermeable y duradero, es capaz de resistir altos esfuerzos instantáneos y fluir bajo acción de calor o cargas permanentes. El asfalto es uno de los derivados del petróleo más importantes y utilizados en la industria. Su principal uso se encuentra en la pavimentación de calles y carreteras gracias a su alta adhesión e impermeabilidad que lo hacen capaz de resistir grandes esfuerzos instantáneos. (6)

En la práctica Europea y Canadiense, (7) geólogos y arqueólogos usan el término "betún" o "betún asfáltico" como sinónimo para referirse al asfalto, y a la mezcla de betún y materia inorgánica para propósitos de pavimentación. Y los términos breas y alquitrán como derivados de la destilación destructiva del carbón, crudo y otros materiales orgánicos.

La ASTM (3) también clasifica a los asfaltos o materiales bituminosos como sólidos y semisólidos (líquidos viscosos a temperatura ambiente). Los asfaltos semisólidos son los más comunes para uso comercial. Antes de 1907, el asfalto usado era principalmente de origen natural; desde ese entonces, los asfaltos comenzaron a ser producidos con mayor frecuencia a partir de la destilación del petróleo. Los asfaltos de inyección de aire de distintas durezas comenzaron a estar disponibles cerca de los años 1900, y su uso comenzó a incrementarse años más tarde, mientras que la demanda de los productos de origen natural disminuyó. (8)

Recientemente, los asfaltos han sido definidos como sustancias fabricadas a partir de la refinación del petróleo, mientras que los betunes como sustancias de origen natural. (9) Por lo tanto, los derivados del petróleo pueden ser divididos en distintas clases de subgrupos:

| <i>Naturales</i> | <i>Fabricados</i> | <i>Derivados</i> |
|------------------------|-------------------|------------------|
| petróleo | cera | aceites |
| aceites pesados | residuos | resinas |
| cera mineral | asfalto | asfaltenos |
| betún (asfalto nativo) | alquitrán | carbenos |
| asfaltitas | brea | carboides |
| asfaltoides | coque | |
| migrabetunes | crudo sintético | |
| roca bituminosa | | |
| arena bituminosa | | |
| kerógeno | | |
| gas natural | | |

Los residuos de la refinación del petróleo, son las fracciones no volátiles del petróleo, definidos como atmosféricos (bp > 350 °C) ó de vacío (bp > 565 °C).

Los asfaltos, contienen sustancias polares de alto peso molecular, llamadas asfaltenos, las cuales son solubles en disulfuro de carbono, piridina, hidrocarburos aromáticos, hidrocarburos clorados y tetrahidrofurano. (8)

1.2 Materiales de Origen Natural

Asfalto Nativo (Betún). Las construcciones antiguas dependían de asfaltos nativos. El producto encontrado en la superficie del Mar Muerto era usado por los antiguos para la momificación. De hecho, la palabra "momia" es derivado de "mumiiia", de origen judío que significa betún. Distintos grados de betún, fueron aparentemente usados por los sumerios; se usaba aceite de oliva como flux y fibras para prevenir que la mezcla fluyera. Se usaban masillas de arcilla y betún para colocado de piso e impermeabilización. La presencia de asfalto indica la probable presencia de reservas de petróleo. Siglos después, el asfalto Trinidad es mencionado por Raleigh durante su visita a la isla en 1595. (8)

Roca Asfáltica. Los depósitos de roca asfáltica contienen de 5 a 25 % de asfalto. Los minerales contenidos suelen ser arenas o limos en distintas gradaciones, las rocas asfálticas son usadas para pavimentar suelos. (8)

1.3 Materiales Fabricados

En los años posteriores a 1900, la mayoría de los asfaltos producidos en la refinación del petróleo comenzaron a ser usados para pavimentación y techado. Con la llegada del transporte motorizado se registró un aumento en la producción de asfalto para producir pavimentos más fuertes.

Los asfaltos del petróleo, en comparación con los asfaltos nativos, son orgánicos, y sólo con trazas de materiales inorgánicos. Aunque existen refinerías cuyos principales propósitos son la producción de asfaltos. El asfalto del petróleo, suele ser un producto secundario de las refinerías. Los crudos son seleccionados en estas refinerías a partir de la variedad de productos que son requeridos y el asfalto (residuo) puede variar en propiedades y en el porcentaje de rendimiento dependiendo del tipo de crudo del cual se obtenga, como se muestra a continuación: (8)

| | | | |
|----------------------|----|---------------------|----|
| Nigeriano Ligero | 7 | L. A. Basin | 44 |
| Árabe Ligero | 14 | Valle de California | 55 |
| North Slope (Alaska) | 21 | Costa de California | 65 |
| Árabe Pesado | 31 | Boscan | 79 |

Asfalto Reducido (Straight Run). En la refinación de crudo, el crudo a temperaturas de 340 °C y 400 °C es inyectado en la columna de destilación. Las fracciones ligeras son separadas como producto de domo y el producto de residuo es conocido como asfalto reducido. (9)

El crudo que contiene cerca de 30 % de asfalto puede ser refinado completamente en una unidad de presión atmosférica, sin embargo, la mayoría del crudo no puede ser destilado satisfactoriamente como asfalto a presión atmosférica debido a la presencia de fracciones gasificables de alto punto de ebullición. En consecuencia se usa una segunda torre de fraccionamiento (torre al vacío). Este

proceso es aplicable a crudos que contienen de 15 a 30 % de asfalto. El producto no volátil de este segundo proceso es conocido como asfalto reducido (straight-run). (8)

Asfalto de Propano. El asfalto también es producto de la desasfaltación del propano y de su proceso de fraccionamiento, el cual involucra la precipitación del asfalto a partir de tratamiento con propano bajo condiciones controladas. El propano desasfaltante es usado para crudos con bajo contenido de asfalto, generalmente menores al 15 %. Este tipo de asfalto suele ser mezclado con otros residuos de asfalto para su uso en pavimentación. La Figura 1.1 muestra una comparación entre las propiedades del asfalto producto de destilación al vacío y el asfalto producto de precipitación por propano. (8)

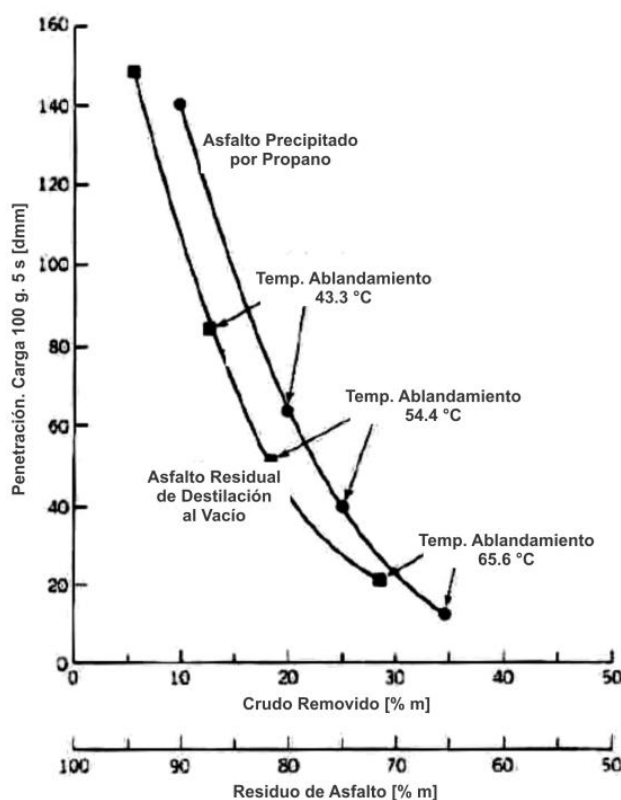


Figura 1.1. Comparación entre Asfalto de Desasfaltación por Propano y Asfalto de Destilación al Vacío. Crudo de Lagunillas, Venezuela

En contraste con el asfalto reducido, que usa altas temperaturas y bajas presiones, la desasfaltación por propano involucra bajas temperaturas y altas

presiones. Existen pequeñas diferencias en las propiedades entre los asfaltos producidos a partir de desasfaltación del propano y los preparados por destilación al vacío a partir de un mismo lote. El proceso de desasfaltación por propano tiene la capacidad de reducir el residuo, más allá de producir asfalto de baja viscosidad, alta ductilidad y alta susceptibilidad térmica en comparación con otros asfaltos, sin embargo, las propiedades dependen mucho del tipo de crudo que se tenga. La Figura 1.2 muestra una comparación entre las fracciones de distintos tipos de asfalto y el petróleo base. (8)

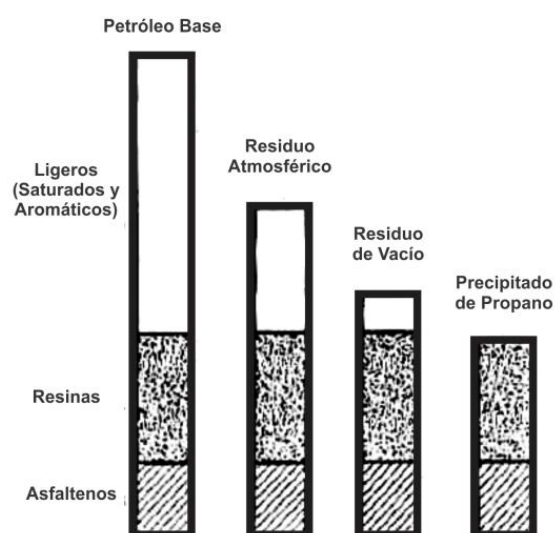


Figura 1.2. Comparación entre Crudo Base, Residuos y Asfalto de Propano

Asfalto de Inyección de Aire. La inyección de aire es un proceso exotérmico que depende de distintas variables de proceso. En el proceso, el asfalto adquiere una mayor dureza a partir de su contacto con aire de 200 °C a 275 °C, ocurre un proceso de deshidrogenación y polimerización, sólo una pequeña cantidad de oxígeno es retenida por el producto. El oxígeno en el aire se combina con el hidrógeno en el asfalto para producir vapor de agua. Produciendo una insaturación por entrecruzamiento. También se producen asfaltenos y resinas durante el proceso. Los asfaltos de inyección de aire tienen distintos valores de viscosidad dependiendo de la cantidad de aire con la que haya reaccionado, entre más oxidado esté, tiende a tener una resistencia a fluir mucho mayor. (8)

Existen otras sustancias que pueden generar la misma reacción química, el azufre en el sulfuro de hidrógeno, el cloro en el cloruro de hidrógeno. En ciertos casos, algunos de los enlaces creados son relativamente débiles y ocurre un fenómeno llamado retroceso, cuando esto pasa, el asfalto oxidado, en condiciones de almacenamiento, regresa casi a su forma original antes del proceso de reacción. Los asfaltos de inyección de aire más resistentes a la humedad y a los cambios de temperatura son producidos de forma continua o por lotes.

El denominado *Asfalto Catalítico*, aunque es aceptado, no involucra realmente un proceso catalítico ya que los agentes empleados en el proceso son consumidos en la reacción. Dichos agentes suelen ser sulfato de cobre, cloruro de zinc, cloruro férrico, tricloruro de aluminio y pentóxido de fósforo. La adición de estos agentes varía de 0.1 % a 3 % dependiendo de las propiedades deseadas en el producto y de las características de la alimentación. (8)

Asfalto Térmico. Los asfaltos térmicos o asfaltos craqueados difieren de otros asfaltos debido a que son producidos a partir de un proceso de craqueo. Tienen una gravedad específica ligeramente superior, baja viscosidad y alta susceptibilidad térmica. Pruebas como la Prueba Oliensis, indican presencia de carbenos. Los asfaltos térmicos tienen diversas aplicaciones, como son la fabricación de paneles aislantes, revestimientos de ladrillos, tuberías subterráneas y diversos productos de construcción.

El proceso de craqueo involucra precalentamiento de 480 °C a 600 °C y presiones de 1 480 kPa (200 psig). La descomposición por craqueo produce sustancias ligeras y pesadas, incluyendo cantidades considerables de carbón. Se emplea destilación para separar estos productos en gas, gasolinas, destilados medios y residuo asfáltico. (3)

Asfalto Combinado. En general, las refinerías suelen producir dos grados de asfaltos, cada uno con un espectro de viscosidad requerido. Los grados intermedios son preparados a partir del mezclado entre las dos especies. Se acostumbra preparar los asfaltos en su forma líquida por mezclado entre asfaltos

reducidos y fracciones destiladas del petróleo, asfaltos reducidos mezclados (cut-back). Dependiendo de la cantidad de fracción de destilado empleada se obtienen distintos grados de asfaltos combinados. El curado lento, también llamado aceite de calle, es hecho por reducción directa. El curado medio y el curado rápido suelen tener cuatro grados dados la cantidad de solvente usado, con el fin de controlar la viscosidad deseada en el producto. Este tipo de asfalto es preparado a través de un mezclado simple entre el diluyente caliente y la base de asfalto. (3)

1.4 Composición y Propiedades

Los principales componentes del asfalto son agrupados en maltenos y asfaltenos. Los maltenos son aquella fracción de hidrocarburos solubles en hidrocarburos saturados, están constituidos por compuestos saturados, anillos aromáticos y resinas, poseen bajos puntos de ebullición. Los asfaltenos, por el contrario, son sólidos más pesados con altos puntos de ebullición, constituidos por estructuras cíclicas, aromáticos con moléculas de oxígenos, azufre, nitrógeno y metales. Mediante una extracción con *n*-heptano podemos lograr la separación del asfalto en sus respectivas fracciones de asfaltenos y maltenos.

Los hidrocarburos constituyentes del asfalto forman una solución coloidal en la que un grupo de moléculas de asfaltenos está rodeado por otro grupo de moléculas, el cual está compuesto de resinas, sin que exista una separación entre ambos grupos, sino una transición, finalmente, ocupando el espacio restante se encuentran los aceites. (8)

1.5 Modelo Micelar del Asfalto

En un concepto más amplio sobre la constitución del asfalto se dice que el asfalto está constituido por tres componentes mayoritarios. El primero se describe como una mezcla de asfaltenos, los cuales son solubles en hidrocarburos parafínicos y solubles en compuestos aromáticos como el benceno. El segundo componente es una mezcla de resinas y el tercero una mezcla de aceite mineral, estos dos últimos son los componentes de los maltenos. Los asfaltenos dan las propiedades estructurales y de dureza de los asfaltos, las resinas proporcionan sus

propiedades aglutinantes y los aceites la consistencia adecuada para hacerlos trabajables. (10)

En general, el asfalto conforma un sistema micelar multidisperso, es decir, un sistema coloidal de hidrocarburos en el cual es difícil establecer una diferencia entre la fase continua y la fase dispersa. Su estructura fue descrita por primera vez por Nellesnteyn en 1924, y su trabajo fue mejorado por Pfeiffer y Saal en 1940. El modelo micelar del asfalto explica que existen partículas discretas de alta viscosidad que proveen elasticidad, resistencia y adhesión. Las resinas contenidas en los maltenos son intermediaras, cumplen la función de homogeneizar y compatibilizar a los asfaltenos insolubles, son fluidas cuando se calientan, frágiles cuando se enfrían, solubles en la mayoría de los disolventes, aumentando la fluidez y plasticidad del asfalto. Las resinas y asfaltenos existen flotando en aceites aromáticos, parafinas, olefinas y naftenos. (Ver Figura 1.3). (6)

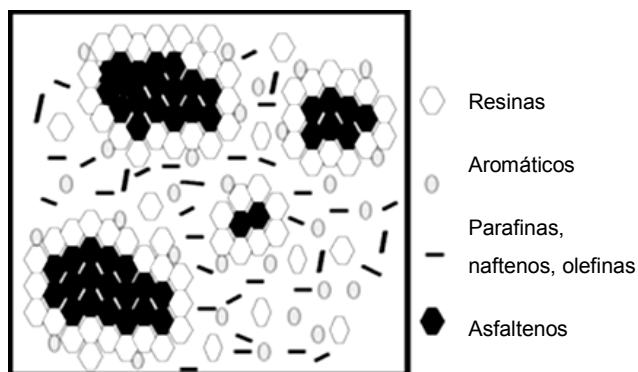


Figura 1.3. Modelo Micelar del Asfalto

Los asfaltos presentan diferentes composiciones y características dependiendo del sitio de extracción del petróleo y del proceso por el cual se obtienen. (11)

A continuación se ilustran modelos de la estructura química de las distintas fracciones del asfalto. Los asfaltenos son complejos aromáticos, con pesos moleculares entre 1 000 g/mol y 100 000 g/mol, sólidos a temperatura ambiente e insolubles en *n*-heptano. (12)

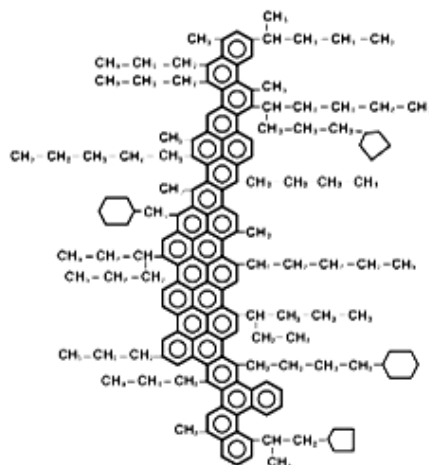


Figura 1.4. Estructura Química de los Asfaltenos

Los compuestos saturados son aceites viscosos compuestos mayoritariamente por cadenas lineales o ramificadas de hidrocarburos alifáticos con pesos moleculares altos, similares a los de los aromáticos. (12)

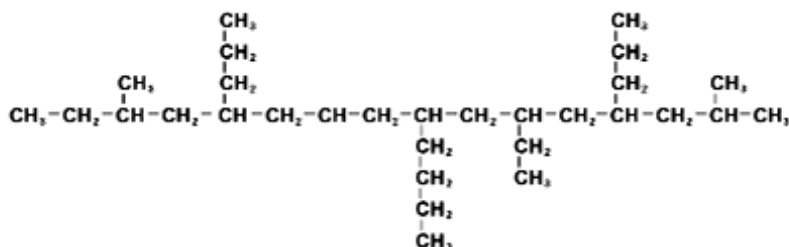


Figura 1.5. Estructura Química de Compuestos Saturados

Las resinas son compuestos muy polares conformados por anillos aromáticos y cíclicos saturados con propiedades adherentes, sólidos o semisólidos, con pesos moleculares que van desde 500 g/mol a 50 000 g/mol. Peptizan a los asfaltenos, haciendo que el betún sea estable. La relación resinas-asfaltenos es la que gobierna el tipo coloidal (sol o gel) del betún. (12)

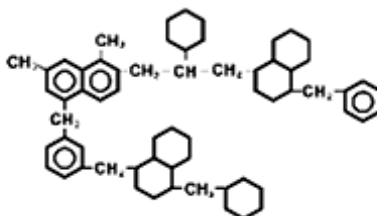


Figura 1.6. Estructura química de las Resinas

Los compuestos aromáticos son cadenas no polares donde predominan los anillos insaturados, con pesos moleculares entre 300 g/mol y 2 000 g/mol, son el

componente mayoritario del betún y tienen una alta capacidad de disolver otros compuestos de alto peso molecular. (12)

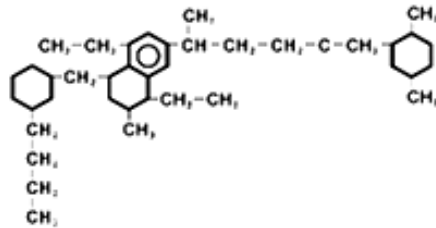


Figura 1.7. Estructura química de los Compuestos Aromáticos

Sin embargo, la determinación de los componentes en el asfalto siempre ha representado un gran desafío debido a la complejidad y al alto peso molecular de los constituyentes. El principio detrás de los estudios de composición es evaluar los asfaltos en términos de composición y funcionamiento. (9)

Las propiedades reológicas han sido asociadas con la composición, pero a fin de utilizar la información de composición con efectividad, se necesitan más correlaciones entre la composición y las propiedades. (9)

Los métodos empleados son convencionales y están ordenados en categorías: (8)

1. Fraccionación por precipitación.
2. Fraccionación por destilación.
3. Separación por técnicas cromatográficas.
4. Análisis químico empleando técnicas espectrométricas (infrarrojo, ultravioleta, resonancia magnética nuclear, rayos X, fluorescencia, emisión, activación de neutrones), titrimetría y gravimetría.
5. Análisis de peso molecular por espectrometría de masas, osmometría por presión de vapor, cromatografía de exclusión molecular.

Sin embargo, en los últimos 40 años, la separación fraccionada ha sido la base del análisis de composición del asfalto. Los métodos de separación han sido usados para dividir el asfalto en fracciones funcionales definidas. Los cuatro tipos de procedimientos de separación más usados son los siguientes: (8)

1. Separación química por precipitación de asfaltenos usando *n*-heptano seguida de precipitación de otras fracciones empleando ácido sulfúrico para incrementar su concentración (ASTM D2006).
2. Fraccionación con solventes: separación de la fracción de asfaltenos usando 1-butanol, seguida de la disolución de los solubles en 1-butanol en acetona. La solución de acetona es enfriada, promoviendo la precipitación de compuestos parafínicos.
3. Adsorción cromatográfica usando sílica gel, después de la remoción de asfaltenos, promover la separación selectiva por adsorción-desorción de adsorbentes (ASTM D2007 y D4124).
4. Cromatografía de exclusión molecular en cromatografía de permeación en gel (GPC, gel-permeation chromatographic), separación de los constituyentes del asfalto basado en el tamaño de las moléculas en soluciones diluidas (ASTM D3593).

Nota 1. Las fracciones obtenidas en estos esquemas están definidas funcionalmente. La cantidad y tipo de asfaltenos en el asfalto son, en instancia, definidas por el solvente usado para precipitarlas. La separación fraccionada del asfalto no proporciona los componentes definidos químicamente. Los materiales separados están definidos únicamente en términos del procedimiento empleado. (8)

El componente de mayor contenido de carbón, es la fracción denominada *carboides*, y consiste en las especies insolubles en disulfuro de carbono o piridina. La fracción denominada *carbenos* contiene especies solubles en disulfuro de carbono o piridina pero insolubles en tetracloruro de carbono y en benceno (Ver Figura 1.8). (9)

Los asfaltenos parecen permanecer constantes en composición, en los asfaltos residuales, sin importar la alimentación, esto se ha determinado a partir de análisis elemental. La determinación de asfaltenos es un método estándar, las fracciones son denominadas *n*-pentano, *n*-hexano, *n*-heptano o nafta insolubles, dependiendo de la cantidad de precipitado usado. Después de que los asfaltenos son removidos, las fracciones de resinas son removidas de los maltenos

(petrolenos) por adsorción en geles o arcillas activadas. La recuperación de la fracción de resinas por desorción es casi cuantitativa. (9)

El precursor de los métodos modernos de fraccionación de asfaltos fue descrito por primera vez en 1916 y modificado posteriormente para su uso con bentonitas y atapulgitas para remover los componentes resinosos. Las fracciones pueden ser separadas por difusión térmica, diálisis, métodos electrolíticos y fraccionación por solventes. (8)

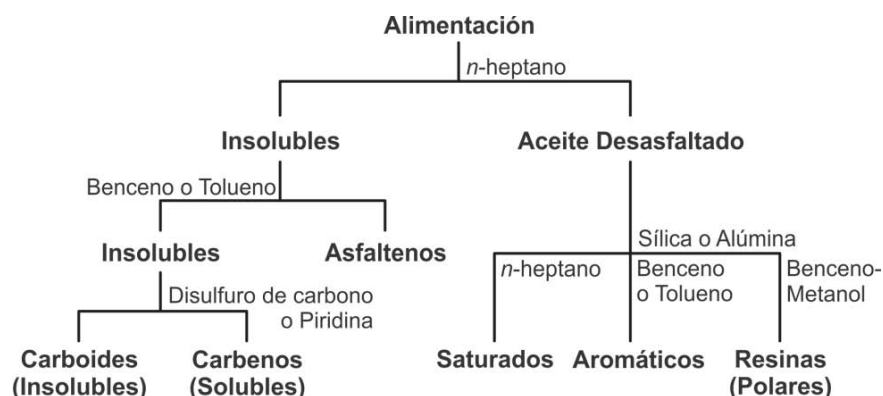


Figura 1.8. Esquema simplificado de la separación del Asfalto en 6 componentes

Estado Coloidal. El resultado principal de muchos estudios de composición ha sido la definición del asfalto como un sistema coloidal a condiciones de servicio. Este concepto fue propuesto en 1924 y describe al sistema como un medio de aceite en donde se encuentra dispersa la fracción de asfaltenos. La transición de coloide en un líquido Newtoniano depende de la temperatura, dureza, gradiente de flujo, naturaleza química, etc. A temperaturas normales de servicio, el asfalto es viscoelástico, y viscoso a altas temperaturas. La fase dispersa es una micela compuestas por las especies que componen los asfaltenos y los compuestos aromáticos de alto peso molecular de los maltenos (petrolenos). La peptización completa de las micelas se puede lograr si en el sistema existen los suficientes constituyentes aromáticos en relación con los asfaltenos. (8)

Ha habido muchos intentos para caracterizar la estabilidad del estado coloidal del asfalto a temperatura ambiente, a partir del análisis químico en grupos genéricos. Por ejemplo, el índice de estabilidad coloidal (I_c) es definido como la razón entre la suma de las cantidades de asfaltenos y floculantes (aceites saturados) con la

suma de las cantidades de peptizantes (resinas) y solventes (aceites aromáticos).
(11)

$$I_c = \frac{(\text{asfaltenos} + \text{aceites saturados})}{(\text{resinas} + \text{aceites aromáticos})}$$

Ecuación 1.1. Índice de Estabilidad Coloidal

Si la razón incrementa, el carácter coloidal del asfalto, y su estabilidad coloidal también. Las propiedades del asfalto (temperatura de ablandamiento, ductilidad, temperatura de fractura, susceptibilidad térmica, módulo elástico, etc.) varían significativamente con el índice de estabilidad coloidal y por lo tanto, con su composición. (8)

1.6 Análisis Elemental

El asfalto no está compuesto por un sólo tipo de especies químicas, es una mezcla compleja de moléculas orgánicas que pueden variar ampliamente en compuestos no polares e hidrocarburos saturados polares y sistemas de anillos aromáticos. Aunque las moléculas de asfalto se encuentran compuestas principalmente de carbono e hidrógeno, la mayoría de las moléculas contienen uno o más heteroátomos de nitrógeno, azufre y oxígeno, junto con trazas de metales, principalmente vanadio y níquel. Los heteroátomos, aunque se encuentran en menor cantidad, comparados con la cantidad de hidrocarburos, pueden variar en concentración en un amplio rango, dependiendo de la fuente de asfalto. Debido a que los heteroátomos tienen un impacto en la polaridad de las moléculas, su presencia genera diferencias en las propiedades físicas entre asfaltos de distintas fuentes.

La mayoría de los asfaltos contienen de 79 % a 88 % de C, 7 % a 13 % H, Traza 8 % S, 2 % a 8 % O y de Traza 3 % N. (Ver Tabla 1.1). Trazas de metales como hierro, níquel, vanadio, calcio, titanio, magnesio, sodio, cobalto, cobre, estaño y zinc. Algunas técnicas de identificación cuantitativa han dado como resultado la identificación de seis principales compuestos heteroátomos en el asfalto: ácidos carboxílicos, 2-quinolonas, phenoles, pirroles, amidas y piridinas. (8)

| Tabla 1.1. Análisis elemental de asfaltos de petróleo | | | | |
|--|-----------------|--------------------|--------|------------|
| Código | B-2959 | B-3036 | B-3051 | B-3602 |
| Fuente | Mezcla Mexicana | Arkansas-Louisiana | Boscan | California |
| Carbono [%] | 83.77 | 85.78 | 82.90 | 86.77 |
| Hidrógeno [%] | 9.91 | 10.19 | 10.45 | 10.94 |
| Nitrógeno [%] | 0.28 | 0.26 | 0.78 | 1.10 |
| Azufre [%] | 5.25 | 3.41 | 5.43 | 0.99 |
| Oxígeno [%] | 0.77 | 0.36 | 0.29 | 0.20 |
| Vanadio [ppm] | 180 | 7 | 1380 | 4 |
| Níquel [ppm] | 22 | 0.4 | 109 | 6 |

1.7 Durabilidad

El término durabilidad puede tener distintos significados, pero en el contexto actual es usado para describir las propiedades físicas y químicas del asfalto para su uso en el pavimento, haciéndolo resistente a las condiciones de servicio durante su periodo de vida útil en el pavimento.

Los asfaltos son usados como películas protectoras, adhesivos, y aglutinantes por sus propiedades hidrofóbicas. Una particularidad importante del asfalto es la capacidad de resistir movimientos o impactos sin fracturarse, esto debido a sus propiedades viscoelásticas. Los asfaltos expuestos tienden a endurecerse debido a la pérdida de compuestos volátiles u oxidación de las fracciones de maltenos, estas reacciones pueden ser catalizadas por la exposición a la luz ultravioleta. La oxidación puede generar productos solubles en agua que son removidos de la película de asfalto por acción del medio ambiente, por esta razón, la conversión de los maltenos a productos de mayor peso molecular no debe ser ignorada. (8)

La pérdida de los componentes ligeros en el asfalto se refleja por la aparición de pequeños patrones de fractura debido a la disminución en la plasticidad, consecuencia de la disminución de los constituyentes de alto peso molecular en la fase continua. Otras manifestaciones de este problema es la pérdida de adherencia, como se ve reflejado en la pérdida de gránulos en tejado. (11)

La resistencia al agua en películas de asfalto es otra manifestación de durabilidad. Los asfaltos que tienen un bajo contenido en sales solubles muestran una baja absorción de agua. La absorción de agua es un fenómeno de superficie que causa

ablandamiento, sin embargo, incluso a razones altas de absorción, las películas de asfalto muestran una baja pérdida en la cohesión de la superficie si permanecen sumergidas en agua, y pueden proteger a los metales de la corrosión por largos periodos. Las bacterias y los hongos pueden atacar a las fracciones de menor peso molecular, sin embargo, el deterioro de los materiales bituminosos a causa de estos agentes es insignificante. (8)

1.8 Índice de Penetración

En el año de 1936, Pfeiffer un científico alemán, observó una relación entre el logaritmo de la penetración y la temperatura, la cual al comportarse como una recta se podía expresar de la siguiente forma: (2)

$$m = \frac{\log PE_{T_1} - \log PE_{T_2}}{T_1 - T_2}$$

Con base en resultados experimentales, dedujo que los asfaltos tienen una penetración de 800 dmm cuando alcanzan la temperatura de ablandamiento (anillo-balín), y a la pendiente le llamó susceptibilidad a la penetración. Debido a que la penetración se efectúa a 25 °C (77 °F) de forma estándar (100 g, 5 s), la Ecuación 1.2 de la pendiente quedaba expresada de la siguiente forma: (2)

$$SP = \frac{\log 800 - \log PE[\text{dmm}]}{TA [C] - 25 C}$$

Ecuación 1.2. Susceptibilidad a la penetración

Posteriormente, se evaluó de forma empírica otra expresión para obtener la susceptibilidad a la penetración en función de un parámetro *IP* (índice de penetración).

$$SP = \frac{20 - IP}{10 + IP} \left(\frac{1}{50} \right)$$

Despejando el parámetro *IP* obtenemos la siguiente Ecuación 1.3:

$$50 SP = \frac{20 - IP}{10 + IP} ; 50 SP(10 + IP) = 20 - IP$$

$$500 SP + 50 SP IP = 20 - IP ; IP(50 SP + 1) = 20 - 500 SP$$

$$IP = \frac{20 - 500 SP}{1 + 50 SP} = \frac{30 - 10(1 + 50 SP)}{1 + 50 SP}$$

$$IP = \frac{30}{1 + 50 SP} - 10$$

Ecuación 1.3. Índice de Penetración

El índice de penetración IP y la susceptibilidad a la penetración en función de la temperatura SP son usados para medir el grado de dispersión del asfalto, (7) sin embargo, esta aproximación falla apreciablemente cuando se tiene un flujo complejo en el aparato de medición. No obstante, el índice de penetración continúa siendo usado para la caracterización del asfalto. En la Tabla 1.2 se muestran los valores típicos del IP para distintos tipos de asfalto.

Tabla 1.2. Índices de Penetración

| Valor IP | Características del Asfalto |
|----------------|--|
| $IP < -1$ | Tipo brea, rico en resinas, alta susceptibilidad a la temperatura, comportamiento viscoso. |
| $IP > +1$ | Tipo gel o soplado, poca susceptibilidad a la temperatura, comportamiento elástico. |
| $-1 < IP < +1$ | Tipo sol, características intermedias, ideal para construcción y pavimentación. |

Existen fuentes (8), en las que el índice de penetración está expresado de la siguiente forma:

$$IP = \frac{30}{1 + 90 SP} - 10$$

Ecuación 1.4. Índice de Penetración (Elsevier Company)

Nota 2. En esta expresión, los límites de IP oscilan entre -2 a +2, en contraste con la expresión original en la cual oscilan de -1 a +1, esta última expresión tiende a ser menos estricta, puesto que se tiene un mayor rango. Para el propósito de este trabajo, usaremos la Ecuación 1.3.

En la Figura 1.9 se pueden observar las configuraciones de los asfaltos tipo gel y tipo sol, de acuerdo al modelo micelar del asfalto. (1)

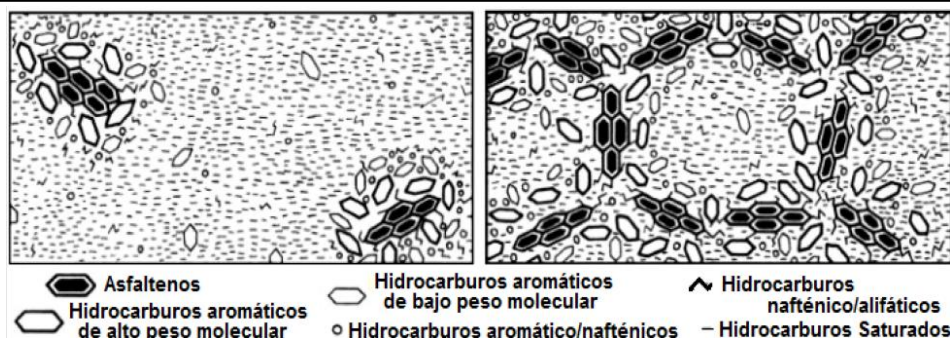


Figura 1.9. Modelo Micelar de asfalto tipo Sol (Izquierda) y asfalto tipo Gel (Derecha)

Las propiedades pueden estar relacionadas a la estructura inherente de los materiales bituminosos. La fracción de más alto peso molecular, los asfaltenos, puede estar dispersa en el asfalto y es independiente del contenido natural de resinas y fracciones ligeras. La alta aromaticidad de las fracciones ligeras producen un aumento en la viscosidad. Cuando se tiene un mayor contenido de compuestos parafínicos, se produce un aumento en el módulo elástico, con una penetración alta a determinadas condiciones de temperatura de ablandamiento. (1)

1.9 Pruebas y Especificaciones

La ASTM (American Society for Testing and Materials (ASTM) y el Comité en Materiales de Carreteras y Pavimentación fueron creados en 1903 para desarrollar métodos de pruebas y especificaciones para materiales de pavimentado. Los métodos para determinar temperatura de inflamación y penetración fueron desarrollados en la Oficina Pública de Carreteras, adoptada por ASTM en 1911. (8) Para los asfaltos cementantes producidos en esa época, las pruebas de temperatura de inflamación y penetración proporcionaban un control para evitar los cambios excesivos durante el mezclado en las plantas y evitar cambios en la durabilidad del asfalto. (13)

En la década de 1920, se publicaron tres especificaciones para los asfaltos cementantes: 1. Ley Federal de Especificaciones, adoptada en 1925; 2. Las especificaciones AASHTO (Association of State Highway Transportation Officials), adoptada en 1924, revisada en 1926; 3. Las especificaciones ASTM, adoptadas

de 1922 a 1926, retiradas en 1936 y re-adaptadas en 1947. Las especificaciones de la Ley Federal de Estados Unidos, estipulaban que para aceptar el uso de asfaltos deberían de cumplir satisfactoriamente con las pruebas de servicio, también especificaban el tipo de construcción de acuerdo a la ubicación y los grados de asfalto de acuerdo a la cantidad de tránsito. Las especificaciones AASHTO indicaban el uso para cada grado de asfalto, dependiendo el tipo de calle, clima y tránsito. La ASTM sugería el tipo de construcción y el grado de asfalto más adecuado. (8)

Con menor excepción en las propiedades físicas y químicas requeridas, las especificaciones para el asfalto eran las tres especificaciones nacionales de los Estados Unidos de América, incluidas las pruebas de penetración y ductilidad a 25 °C; temperatura de inflamación; el porcentaje de pérdida a 163 °C; la penetración del residuo como porcentaje de la muestra original; la solubilidad en disulfuro de carbono y tetracloruro de carbono; la gravedad específica a 25 °C; y la temperatura de ablandamiento.

Recordando que las propiedades del residuo varían con el punto de corte, existen algunas propiedades que pueden ser controladas de acuerdo a las especificaciones de asfalto: (8)

| <i>Propiedad</i> | <i>Prueba</i> |
|--------------------------------|---|
| Seguridad | Temperatura de inflamación. |
| Pureza | Solubilidad, contenido acuoso, escoria. |
| Composición | Nafta insoluble, técnicas de separación, pruebas de destilación, homogeneidad, contenido de ceras. |
| Reología | Penetración, viscosidad, temperatura de ablandamiento, flotabilidad, ductilidad, flujo, impacto, temperatura de quiebre, razones de susceptibilidad a la temperatura. |
| Durabilidad | Película de asfalto al horno, índice de desgaste, humedad. |
| Densidad o Gravedad Específica | Gravedad Específica. |
| Propiedades Específicas | Adhesión, compactibilidad, teñido, estabilidad de almacenamiento, resistencia química, etc. |

Los asfaltos suelen ser especificados con distintos grados de dureza y viscosidad en la misma industria. Sin embargo, con el cambio en la naturaleza química y en la composición del crudo durante las últimas cuatro décadas, la aplicación y los factores de servicio han tomado una importancia mayor. (8)

Procedimientos de Prueba. Muchas de las pruebas aplicadas a asfaltos de petróleo son empíricas. Las pruebas ASTM no son las únicas empleadas, existen una gran variedad en las empresas privadas, sin embargo, algunas han sido publicadas a lo largo del tiempo para reportes científicos, y algunas de estas, posteriormente han sido adoptadas por ASTM. (3)

A continuación se muestran las pruebas más comunes para la caracterización de asfaltos:

Insolubles de Betún en Naftas Parafínicas (AASHTO T46). Diseñado por AASHTO, indica el contenido de asfaltenos y nafta insolubles. Se pueden usar otros solventes como *n*-heptano (ASTM D3279), *n*-hexano, *n*-pentano. (14)

Separación de Asfalto en Cuatro Fracciones (ASTM D4124). Método para la separación del asfalto en asfaltenos y maltenos, posteriormente, la fracción de maltenos (petrolenos) es separada en tres fracciones, compuestos saturados, naftenos aromáticos y aromáticos polares, mediante el uso de una columna cromatográfica con alúmina y distintos eluyentes. (15)

Solubles de Betún en Disulfuro de Carbono (ASTM D4). El asfalto es una mezcla de hidrocarburos que son completamente solubles en disulfuro de carbono. En los últimos años se han usado tricloroetileno o 1,1,1-tricloro etano. Este procedimiento es usado para aquellos asfaltos con poca o nula cantidad de contenido mineral, como se describe en ASTM D2042.

Temperatura de Quiebre (FRAAS, IP 80153). Del Instituto del Petróleo de los EUA, indica un aproximado de la temperatura a la cual en procesos no dúctiles, se presenta una fractura en el asfalto.

Enlace y Adhesión (ASTM D1191). Diseñado para su uso en selladores de grietas o juntas, y usado principalmente para determinar si la cantidad de resistencia en la unión en procesos a bajas temperaturas.

Compactibilidad (ASTM D1370). Cuando el asfalto de revestimientos y asfalto de grado saturado son usados juntos, para la preparación de un techado, esta prueba indica la unión de estos se puede derretir, fragmentar o separar bajo un esfuerzo aplicado en la interfase.

Destilación (ASTM D402). Determina la cantidad aproximada de compuestos volátiles en el asfalto, especialmente aplicable para asfaltos reducidos mezclados y películas de pavimento.

Ductilidad (ASTM D113). La ductilidad en el asfalto se expresa como la distancia en centímetros en la cual una briqueta estándar puede ser elongada antes de su ruptura.

Asfaltos Emulsificados (ASTM D244). Este estándar comprende una variedad de pruebas para determinar la composición, manipulación, naturaleza química y clasificación, almacenamiento, uso y especificación de las emulsiones para propósitos de pavimentado.

Temperatura de Inflamación (ASTM D92). El método de Cleveland Open Cup (Copa abierta de Cleveland) es el más usado, no obstante el método Tag Open Cup (ASTM D3143) es aplicable para asfaltos reducidos mezclados. La temperatura de inflamación es un indicativo de la dureza y la humedad en el producto, además puede ser indicativo de la presencia de contaminantes.

Prueba de Flotabilidad (ASTM D139). Se miden las propiedades de consistencia en asfaltos con cantidades muy pequeñas de fuerza. Esta prueba se emplea para asfaltos demasiado blandos para ser caracterizados por la prueba de penetración.

Homogeneidad. Pruebas visuales para analizar la homogeneidad de una muestra de asfalto, usualmente empleadas para graduar el grado de uniformidad. Un

ejemplo es el usado en este documento en el apartado de *Microscopía de Fluorescencia*.

Penetración (ASTM D5). Es la prueba más común, envuelve la determinación de la penetración de una aguja sobre una muestra de asfalto bajo condiciones específicas de temperatura, carga y tiempo. La distancia que la aguja penetra se expresa en unidades de dmm (mm/10), medida entre valores de 0 a 300. Los asfaltos blandos pueden tener penetraciones mayores a estos valores. (16)

Muestreo (ASTM D140). Este estándar proporciona una guía para el muestreo de asfaltos, líquidos y semisólidos, la temperatura de fabricación, almacenamiento o entrega.

Temperatura de Ablandamiento (ASTM D36. Método de Anillo y Balín). La temperatura de ablandamiento está definida como la temperatura a la cual una muestra de asfalto alcanza la suficiente blandura para que un balín penetre una distancia estándar. Es usado para clasificar los asfaltos usados en el techado industrial. El método ASTM D2398 ha sido desarrollado para proporcionar un sólo baño del rango completo cubierto por medio de dos baños en ASTM D36. (17)

Gravedad Específica (ASTM D70). Para asfaltos sólidos y semisólidos, se usa un picnómetro. Para asfaltos líquidos se usa un hidrómetro (ASTM D3142).

Prueba de Contaminantes (AASHTO T102). Esta prueba distingue asfaltos que contienen cuerpos pobremente tolerados por el sistema de asfalto.

Manchado (ASTM D1328). Esta prueba mide la cantidad de teñido por asfalto en papel u otros materiales celulósicos. Existen variaciones con el tipo de papel empleado y la temperatura empleada. El manchado en talco también es usado.

Susceptibilidad Térmica. Este término es usado para designar el cambio de consistencia en el asfalto debido a cambios de temperatura. La constante en el valor de la pendiente m en la ecuación de Walther es usada como una magnitud fundamental.

Corrección Temperatura-Volumen (ASTM D1250). Tablas que permiten la conversión de volúmenes de materiales asfálticos de una temperatura a otra, generalmente usado para ajustar los volúmenes a una temperatura de 15.6 °C, este estándar es una base de medida en los EUA. Este valor es frecuentemente usado considerando que el coeficiente de expansión es de 0.00036 en un rango de 15.6 °C a 121.1 °C.

Viscosidad. Es la medida de la resistencia al flujo. Existe una gran variedad de instrumentos usados para este propósito. La capilaridad al vacío (ASTM D2171) es usada para clasificar los asfaltos cementantes a 60 °C, aunque esto sólo es aplicable a materiales en un rango de 4.2 Pa·s a 20 000 Pa·s (42 P a 200 000 P). Los instrumentos cinemáticos capilares (ASTM 2170) son usados en un intervalo de temperatura de 60 °C a 135 °C para asfaltos líquidos y semisólidos, en un intervalo de 30 mm²/s a 100 000 mm²/s (cSt). Las pruebas de Saybolt (ASTM D88), son usadas para intervalos de temperatura más altos (ASTM E102). A temperaturas menores los instrumentos de discos cónicos (ASTM D3205) son usados extensivamente en intervalos de viscosidad de 10² Pa·s a 10⁹ Pa·s (10³ P a 10⁹ P). Existen otras técnicas que incluyen el uso de reómetros y el microviscosímetro de disco deslizable. (18)

Prueba de Película Asfalto al Horno (ASTM D1754). Esta prueba tiene el propósito de determinar el endurecimiento por calentamiento y ventilado en una película estática de asfalto. Un procedimiento análogo es la Prueba de Rodamiento de Película de Asfalto (ASTM D2872), la cual tiene el mismo propósito, pero utiliza una película móvil expuesta por 75 min a 163 °C.

Humedad (ASTM D95). Esta prueba comprende la determinación del contenido de agua en el asfalto por destilación usando un receptor Dean-Stark.

Contenido de Ceras. El instituto alemán Deutsche Industrie Normen (DIN), utiliza el método de destilación destructiva para el asfalto, seguido de la congelación de las ceras en las fracciones destiladas.

Desgaste (ASTM D529). Esta prueba evalúa la resistencia relativa al desgaste en asfaltos usados para revestimientos protectores, especialmente en el techado. Una medida indirecta de las condiciones de servicio. Los métodos para el preparado de paneles (ASTM D1669) y el punto de fractura (ASTM D1670).

Tendencia a la Separación (ASTM D7173). En asfaltos modificados con polímeros, evalúa la estabilidad de la mezcla asfalto-polímero, es decir, si presenta incompatibilidad entre las fases. Mediante condiciones estáticas de calentamiento, simulando las condiciones de almacenamiento, posteriormente la muestra es enfriada y separada en fracciones (superior e inferior), a cada una se le hacen las pruebas de Penetración (ASTM D5) y Temperatura de Ablandamiento (ASTM D36), si las muestras presentan diferencias en las propiedades, se dice que se tiene una tendencia a la separación muy alta. (19)

1.10 Graduación de Viscosidad

En la década de 1960, un sistema mejorado de graduación fue desarrollado con base en las pruebas de viscosidad. Estas pruebas, de carácter científico, reemplazaron las pruebas de penetración empíricas como clave en la caracterización del aglutinante. (18) Esta graduación cuantifica las siguientes propiedades:

1. Viscosidad a 60°C (140°F).
2. Viscosidad a 135°C (275°F).
3. Penetración. Aguja con carga de 100 g, 5 s a 25 °C (77° F).
4. Temperatura de inflamación.
5. Ductilidad 25°C (77°F).
6. Solubilidad en tricloroetileno.
7. Prueba de Película de Asfalto al Horno:
 - i. Viscosidad a 60°C (140° F).
 - ii. Ductilidad 25°C (77° F).

En la graduación AC, el asfalto es caracterizado por las propiedades que posee antes de ser sometido al proceso de mezclado, enfocándose a la especificación por su valor medio de viscosidad. En la graduación AR, se hace un intento por

simular (en la prueba de rodamiento) el proceso de fabricación del asfalto, por lo tanto, estos datos deben ser más representativos para el comportamiento del asfalto en pavimentos. La Tabla 1.3 muestra las ventajas y desventajas de los grados de viscosidad. (20)

Tabla 1.3. Ventajas y desventajas de las graduaciones de viscosidad

| Ventajas | Desventajas |
|--|--|
| Además de la penetración, la viscosidad es un parámetro fundamental. | La principal graduación (efectuada a 25 °C) puede no mostrar con precisión la reología a temperaturas menores. |
| Las correlaciones de temperatura funcionan bien con: 25 °C (77 °F). Temperatura promedio del pavimento. 60 °C (140 °F). Altas temperaturas del pavimento. 135 °C (275 °F). Temperatura de plantas de mezclado. | Cuando se usa la graduación AC, las viscosidades del residuo pueden variar considerablemente, es decir, las propiedades del asfalto pueden variar considerablemente después de ser aplicados en construcción o en pavimentación. |
| La susceptibilidad a la temperatura (el cambio en la reología del aglomerante debido a la temperatura) puede ser determinada porque la viscosidad es determinada a tres distintas temperaturas, mientras que la penetración sólo es determinada a 25 °C (77 °F). | La experimentación es más costosa y toma mucho más tiempo que la prueba de penetración. |
| El equipo estandarizado para pruebas se encuentra ampliamente disponible. | |

Tabla 1.4. Grados de viscosidad AASHTO M226 y ASTM D3381. (21)

| Estándar | Graduación Basada en Asfalto Original (AC) | | | | | | Graduación Basada en Residuo (AR) | | | | |
|-------------|--|------|-------|-------|-------|-------|-----------------------------------|---------|---------|---------|----------|
| | AC-2.5 | AC-5 | AC-10 | AC-20 | AC-30 | AC-40 | AR-10 | AR-20 | AR-40 | AR-80 | AR-160 |
| AASHTO M226 | AC-2.5 | AC-5 | AC-10 | AC-20 | AC-30 | AC-40 | AR-10 | AR-20 | AR-40 | AR-80 | AR-160 |
| ASTM D3381 | AC-2.5 | AC-5 | AC-10 | AC-20 | AC-30 | AC-40 | AR-1000 | AR-2000 | AR-4000 | AR-8000 | AR-16000 |

1.11 Agregados

Aunque muchas de las pruebas se han enfocado en la composición y comportamiento del asfalto, las propiedades del agregado también juegan un papel importante para determinar las propiedades finales de la mezcla asfalto-agregado. Existen muchos factores que considerar como la utilidad del asfalto, la absorción del asfalto en los poros del agregado, el envejecimiento del asfalto dentro del agregado y los métodos de revestimiento del asfalto en el agregado.

Se han hecho intentos por llevar a cabo las modificaciones en la superficie del agregado para incrementar las interacciones con el asfalto, así como otros trabajos para predecir la fuerza de adhesión del asfalto-agregado. (3)

1.12 Asfalto Modificado

El deterioro de los pavimentos de asfalto bajo condiciones de tráfico pesado o bajo condiciones de humedad hostiles, en conjunto con la incapacidad de lograr las especificaciones deseadas en los asfaltos, han resultado en la necesidad de buscar modificadores del asfalto. Estos materiales pueden ser adicionados al aglomerado de asfalto para mejorar la vida de servicio acrecentando alguna propiedad específica o proporcionando mayor fuerza a los enlaces entre el aglomerado y el agregado reduciendo la susceptibilidad de la mezcla, por ejemplo, al daño por agua. (8)

1.13 Agentes Modificadores

Una amplia variedad de materiales ha sido propuesta para modificar las propiedades de asfalto, incluyendo rellenos y fibras para reforzar la mezcla con agregados, azufre para endurecer el aglomerante, polímeros, hule, resina epóxica, agentes que evitan la separación, complejos metálicos y limo. Todos estos materiales mejoran las propiedades del aglomerante y las propiedades de la mezcla con agregado.

La adición de combustibles fósiles también ha sido investigada, con intereses particulares en materiales que contienen grupos funcionales capaces de aumentar la cohesión entre el asfalto y el agregado. Modificadores como los productos de la licuefacción del carbono, componentes y residuos del combustible de esquisto también han sido usados, enfocándose en el papel que tiene el nitrógeno en estos materiales. (8)

En los últimos años, se ha usado el hule producto del reciclaje de llantas, como agente modificador del asfalto, se ha encontrado que el hule de llanta absorbe parte de los maltenos, dejando un gran contenido de asfaltenos, aumenta la

elasticidad y la temperatura de ablandamiento del asfalto, y a su vez disminuye la penetración. (10)

Para que un aditivo modificador sea efectivo para ser utilizado, además de económico, debe ser fácilmente aplicable, resistente a la degradación a altas temperaturas, miscible en asfalto, mejorar la resistencia a la influencia de altas temperaturas sin hacer que el asfalto se torne demasiado viscoso a las temperaturas de mezclado y compactación, o quebradizo a bajas temperaturas, deben ser física y químicamente estable, es decir, mantener sus propiedades durante el almacenamiento, aplicación y servicio, ser capaces de ser procesados con equipamiento convencional. (22)

1.14 Asfalto Modificado con Polímero

Los materiales compuestos de asfalto-polímero son denominados comúnmente como asfaltos modificados con polímero (AMP). Un polímero se considera como compatible si la mezcla asfalto-polímero muestra propiedades adherentes, homogeneidad, ductilidad y cohesión. (1)

Los polímeros son macromoléculas sintetizadas a partir de moléculas simples llamadas monómeros mediante el proceso de polimerización. Dependiendo de la estructura química de los monómeros y las condiciones en las cuales se efectúe la polimerización, se pueden tener distintas arquitecturas, las cuales pueden ser lineal, ramificada, en estrella, escalera, dendrítica, etc. En la Figura 1.10 se muestran algunas de las arquitecturas más comunes. (23)

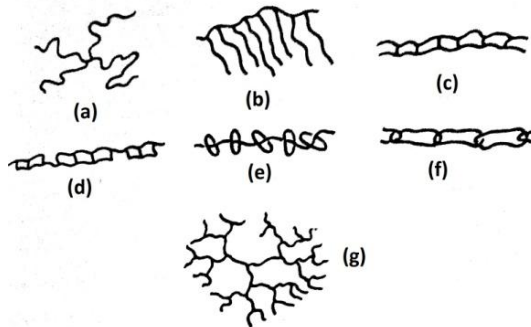


Figura 1.10. Arquitecturas poliméricas. (a) Estrella. (b) Peine. (c) Escalera. (d) Semiescalera. (e) Poliroxatano. (f) Policatenado. (g) Dendrítica.

Según la secuencia monomérica, cuando los monómeros son de una sola especie se denomina homopolímero, mientras que cuando incorpora dos o más especies de monómeros se denomina copolímero. La Figura 1.11 muestra la forma en la que las especies monoméricas pueden estar alternadas en forma aleatoria, alternada, o en bloque. (1)

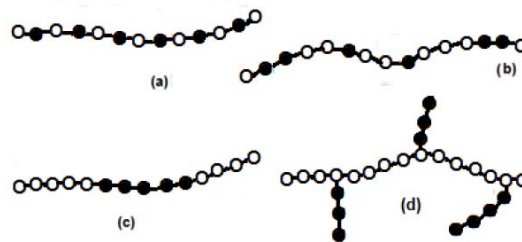


Figura 1.11. Arquitectura de copolímeros. (a) Alternante. (b) Aleatorio. (c) En bloque. (d) Injertado

1.15 Polímeros Termoplásticos

El polietileno (PE), polipropileno (PP), policloruro de vinilo (PCV), poliestireno (PS) y etilvinilacetato (EVA) son los principales polímeros termoplásticos que han sido examinados para su uso como modificadores de asfaltos. Cuando se mezcla el asfalto con polímeros termoplásticos, a temperatura ambiente, incrementan la viscosidad de la mezcla asfáltica. (1)

De acuerdo con el tipo de polímero que se incorpore al asfalto, éste adquiere diferentes propiedades. Existen diversos tipos de polímeros como el polietileno, polipropileno, policloruro de vinilo, poliestireno y etilvinilacetato, los cuales son los principales polímeros termoplásticos que han sido examinados para su uso como modificadores de asfalto.

El etilvinilacetato a una concentración al 5% en asfalto es uno de los polímeros modificadores más usados. Los copolímeros EVA son materiales termoplásticos con una estructura "random" producida por la copolimerización del etileno y el acetato de vinilo. Copolímeros con bajo contenido de acetato de vinilo poseen propiedades similares al polietileno de baja densidad. Si el nivel de acetato de vinilo incrementa, las propiedades del copolímero cambian.

1.16 Copolímeros de Bloque

Además de esta gama de polímeros, los que han demostrado ser los mejores para la incorporación en el asfalto son los denominados SB (Styrene-Butadiene, por sus siglas en inglés), pueden ser producidos por una sucesiva operación secuencial de la polimerización del estireno-butadieno-estireno (SBS) o estireno-isopreno-estireno (SIS). Estos polímeros dibloque se pueden obtener mediante una sucesiva operación secuencial de polimerización del estireno-butadieno. La disposición de este polímero puede ser radial o lineal. (22)

Estos polímeros termoplásticos obtienen su resistencia y su elasticidad de un entrecruzamiento físico de las moléculas en una red tridimensional. Esto se produce por la aglomeración de los bloques finales de poliestireno en dominios separados. A temperaturas por encima de punto de transición del poliestireno (100 °C), el poliestireno se ablanda y los dominios se debilitan, por este motivo se disocian bajo la aplicación de un esfuerzo, permitiendo de esta forma una fácil disolución. Con el enfriamiento los dominios se re-asocian, y la resistencia y la elasticidad se restauran nuevamente. Por este motivo se les considera materiales termoplásticos. (1) (22)

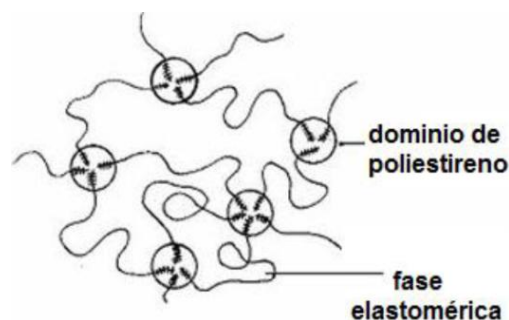


Figura 1.12. Representación de un copolímero SBS de bloque

El polibutadieno es uno de los materiales más empleados debido a sus propiedades viscoelásticas, producto de la configuración de sus isómeros, a esto se le conoce como microestructura. Los isómeros son moléculas con los mismos elementos con distinta configuración espacial. La Figura 1.13 muestra los isómeros del polibutadieno. Dependiendo del porcentaje de enlaces de cada isómero serán distintas las propiedades, para porcentajes altos de 1,4-cis (93 % a

98 %), se tienen grandes propiedades elastoméricas, de la misma forma el 1,2-vinilo, utilizado en la fabricación de llantas automotrices. Para los enlaces trans, el polibutadieno puede ser elastómero si tiene de 70 % a 90 % o una resina termoplástica con alto grado de cristalinidad si presenta un porcentaje mayor al 90 % de enlaces 1,4-trans. (24)

En alto grado, posee buena resistencia a la tensión, resistencia al rasgado, fatiga por flexión, estabilidad oxidativa, resistencia a la abrasión y propiedades dinámicas como resistencia al impacto y a la deformación. Por este motivo, los copolímeros de bloque SBS usados para asfaltos de carpetas de rodamiento vehicular son aquellos con enlaces 1,4-trans. (1)

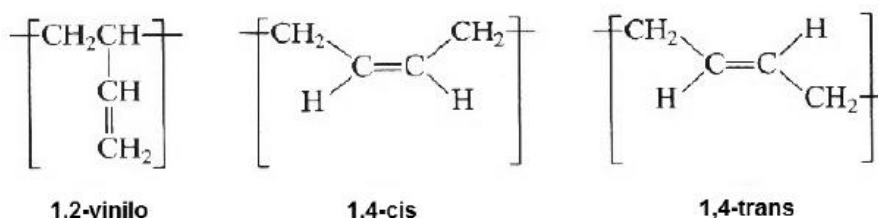


Figura 1.13. Isómeros del polibutadieno

1.17 Peso Molecular Promedio

Una de las diferencias más significativas entre las moléculas pequeñas y los polímeros es el peso molecular. Las moléculas pequeñas presentan un peso molecular único y característico, mientras que los polímeros y las macromoléculas no tienen un peso molecular único debido a que son una mezcla de moléculas con distinto tamaño. Dependiendo del tipo de polimerización, los polímeros presentan una distribución de pesos moleculares. (6)

Para esto, se ha optado por definir pesos moleculares promedio y distribuciones de peso molecular. Las dos expresiones más importantes son el peso molecular numeral promedio (M_n) y el peso molecular ponderal promedio (M_w). (25)

$$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i} = \frac{\sum_i m_i}{\sum_i m_i / M_i}$$

Ecuación 1.5. Peso Molecular Numeral Promedio

$$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i} = \frac{\sum_i m_i M_i}{\sum_i m_i}$$

Ecuación 1.6. Peso Molecular Ponderal Promedio

$$M_z = \frac{\sum_i N_i M_i^3}{\sum_i N_i M_i^2} = \frac{\sum_i m_i M_i^2}{\sum_i m_i M_i}$$

Ecuación 1.7. Peso Molecular Ponderal Promedio Z

$$M_v = \left[\frac{\sum_i N_i M_i^{1+a}}{\sum_i N_i M_i} \right]^{1/a}$$

Ecuación 1.8. Peso Molecular Ponderal Promedio de Viscosidad

Donde N_i es el número de moléculas de peso molecular M_i , a es un parámetro que varía de 0.5 a 0.8, dependiendo de la arquitectura del polímero, o en términos m_i , la masa de las especies con peso molecular M_i . (25) M_w siempre es mayor que M_n . La relación entre ambos se denomina índice de polidispersidad (I_p). Cuanto más ancha sea la distribución de pesos moleculares, mayor será la diferencia entre distintos promedios y mayor la anchura de la distribución. (26)

$$I_p = \frac{M_w}{M_n}$$

Ecuación 1.9. Índice de Polidispersidad

En la Figura 1.14 se ilustra el significado físico de una distribución simple de pesos moleculares promedios. (25)

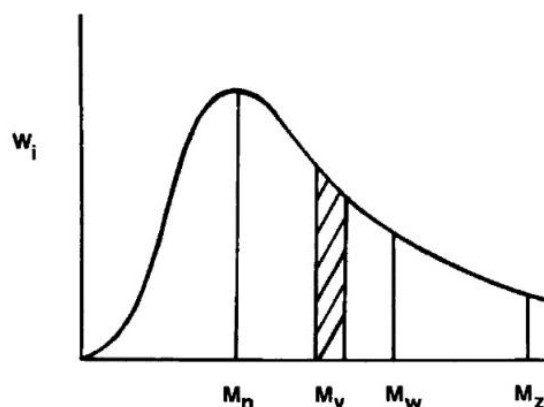


Figura 1.14. Esquema de distribución simple de pesos moleculares promedios

1.18 Cromatografía GPC

La cromatografía de exclusión por tamaño (SEC), también conocida como cromatografía de permeación en gel (GPC), permite la obtención de cualquiera de los promedios definidos. Como en otras técnicas cromatográficas, el proceso consta de una columna rellena de una fase estacionaria y una sustancia portadora que circula por la columna (fase móvil), en la que en determinado momento, se inyecta una cantidad de muestra analizar, para este caso, la sustancia portadora es el solvente y la muestra el polímero en disolución. (26)

La sustancia portadora se denomina fase móvil, y esta eluye la muestra, separando los componentes del polímero, al pasar por la fase estacionaria, dependiendo del tamaño de la molécula, definido como radio hidrodinámico, las moléculas más grandes no pueden entrar a los poros más pequeños de la fase estacionaria (exclusión molecular). Las moléculas más pequeñas se mueven a través de los poros por movimiento Browniano y las moléculas más grandes se moverán en la fase móvil, es decir, éstas llegan antes que las partículas pequeñas al detector (Ver Figura 1.15). El intervalo de tiempo de cada fracción eluída desde la inserción hasta que pasa por el detector, se le llama *tiempo de retención*. (25)

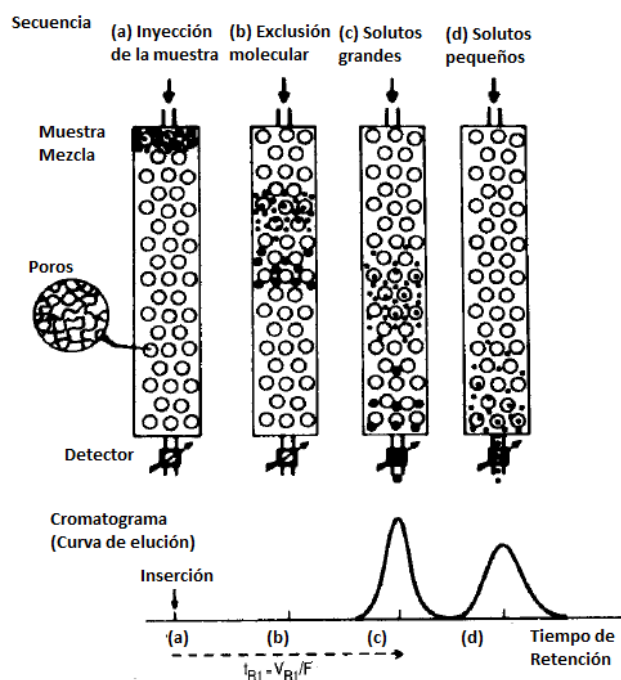


Figura 1.15. Esquema de cromatografía GPC

La separación se realiza en virtud del tamaño del polímero y no en virtud de su peso molecular, pero para un polímero concreto, uno y otro están directamente relacionados. En la Figura 1.16 se ilustra la respuesta del refractómetro durante un experimento SEC típico. Partiendo desde el momento en que hemos introducido una muestra en la columna (tiempo de retención), y si el flujo del líquido portador es F [mL/min], el producto de ambos se denomina volumen de elución. (26)

$$V_e = t F$$

Ecuación 1.10. Volumen de Elución

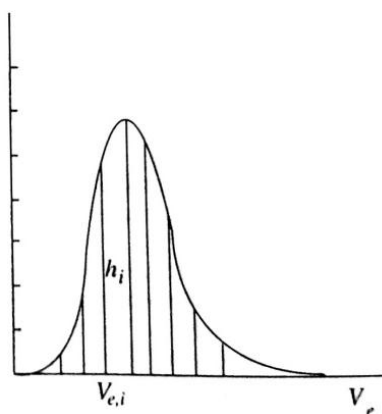


Figura 1.16. Cromatograma típico simple

La altura del pico en cada momento depende, para un mismo polímero y disolvente, de la cantidad de moléculas que salen en ese momento, esta altura no tiene un significado físico, depende del tipo de detector usado, sólo es la medición del sensor empleado, existen detectores viscosimétricos, detectores de dispersión de luz, dispersión por solutos macromoleculares, etc. Así pues, la altura del pico (h_i) que detectada en el refractómetro es proporcional al peso molecular (tamaño de la molécula) m_i y viceversa, dependiendo de la hidrodinámica de la columna y el tiempo de retención, bajo la hipótesis que las moléculas más grandes salen primero de la columna. La constante de proporcionalidad es idéntica para todas las muestras y depende de las propiedades químicas de la columna y su empaque. (26)

$$m_i = k h_i$$

Ecuación 1.11. Relación masa-altura

Al sustituir ésta expresión de la masa de una molécula con peso molecular, y con la premisa de que la constante es la misma para cada molécula pues es una propiedad de la columna, obtenemos la siguiente expresión para el peso molecular numeral promedio:

$$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i} = \frac{\sum_i m_i}{\sum_i m_i / M_i} = \frac{\sum_i h_i}{\sum_i h_i / M_i}$$

$$M_n = \frac{\sum_i h_i}{\sum_i h_i / M_i}$$

Ecuación 1.12. Peso Molecular Numeral Promedio. En función de la altura

De forma análoga, el peso molecular promedio puede calcularse para variables como: (26)

$$M_w = \frac{\sum_i h_i M_i}{\sum_i h_i}$$

Ecuación 1.13. Peso Molecular Ponderal Promedio. En función de la altura

$$M_z = \frac{\sum_i h_i M_i^2}{\sum_i h_i M_i}$$

Ecuación 1.14. Peso Molecular Ponderal Promedio Z. En función de la altura

En estas expresiones, se puede obtener el peso molecular a partir de los datos cromatográficos correspondientes a la altura del cromatograma, sin embargo, se necesita saber el peso correspondiente a una altura determinada, es decir, calibrar el cromatógrafo. En algunas ocasiones se disponen de polímeros comerciales con muestras de diferentes pesos moleculares bien determinados, como son muestras de poliestireno, polidimetil siloxano, polióxido de etileno, polimetacrilato de metilo, etc., (25) con polidispersidades típicas de 1.05, (27) en estos casos, se puede hacer un calibrado directo, pero carecen de precisión debido a que sólo ajustan bien para el polímero con el cual se calibró, y como ya se mencionó anteriormente, esta técnica está más relacionada con el volumen que ocupa una molécula, no directamente con su masa, por lo que una molécula disuelta en THF puede tomar distintas posiciones a lo largo de la columna, (26) por este motivo y que en

muchos otros casos no hay patrones disponibles, es preciso recurrir a un método universal basado en conceptos referidos a hidrodinámica de disoluciones. (28)

La calibración universal está basada en la observación de que el producto de la viscosidad intrínseca (número de viscosidad límite) y el peso molecular son independientes del tipo de polímero, (23) es decir, son independientes de la naturaleza química del polímero, (26) este producto es llamado *parámetro universal de calibración* ($[\eta]M$). Como se muestra en la Figura 1.17, al graficar el logaritmo del número de viscosidad límite contra el volumen en tetrahidrofurano se tiene un comportamiento aproximadamente lineal, para un amplio grupo de polímeros. Por este motivo este producto se considera como una constante para una columna, temperatura y volumen de elución establecidos. Si se asume como referencia el poliestireno, polímero 1, y el polímero fraccionado como polímero 2 se obtiene la siguiente expresión: (23)

$$[\eta]_1 M_1 = [\eta]_2 M_2$$

Ecuación 1.15. Número de Viscosidad Límite

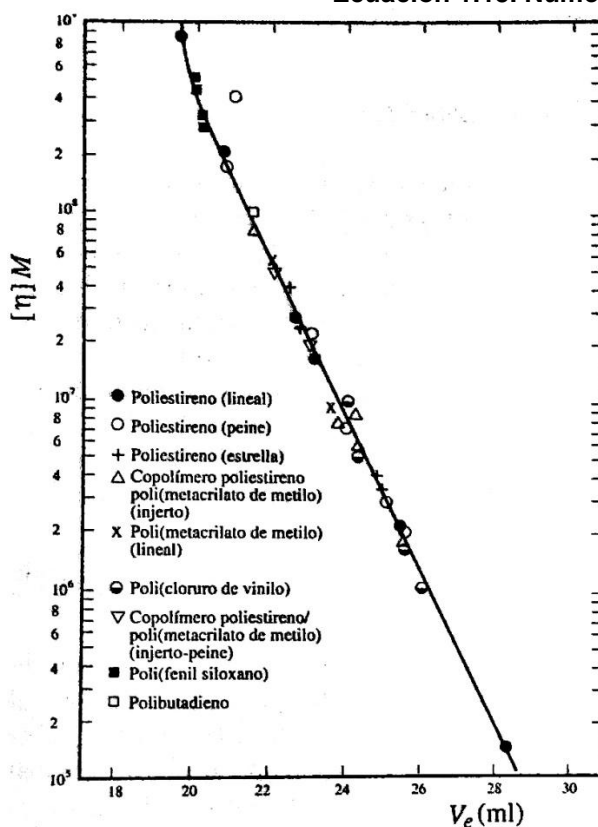


Figura 1.17. Curva de calibración Universal

A partir de la correlación Mark-Houwink-Sakurada:

$$[\eta]_1 = K_1 M_1^{a_1}$$

$$[\eta]_2 = K_2 M_2^{a_2}$$

Ecuación 1.16. Correlación Mark-Houwink-Sakurada

Donde las constantes K y a son las constantes de Mark-Houwink, disponibles en distintas fuentes o directamente con el fabricante del equipo de cromatografía. (26)
Combinando ambas ecuaciones y despejando el término referente a la masa molecular del polímero fraccionado (M_2) obtenemos la siguiente expresión:

$$\log M_2 = \left(\frac{1}{1 + a_2} \right) \log \left(\frac{K_1}{K_2} \right) + \left(\frac{1 + a_1}{1 + a_2} \right) \log M_1$$

Ecuación 1.17. Resolución de las correlaciones Mark-Houwink-Sakurada

Dependiendo del polímero de calibración empleado, se pueden tener distintos intervalos en los cuales los datos obtenidos den buenos resultados, sin embargo, dichos datos ajustan muy bien para polímeros de polibutadieno y poliestireno, entre otros (Ver Figura 1.17).

A partir de la Ecuación 1.17, y de las alturas registradas en el cromatograma (mediciones del detector), se puede hacer la relación directa entre los pesos moleculares promedio y las alturas mostradas en las ecuaciones Ecuación 1.12, Ecuación 1.13 y Ecuación 1.14. Los componentes principales que componen un equipo de cromatografía GPC se muestran en la Figura 1.18. (27)

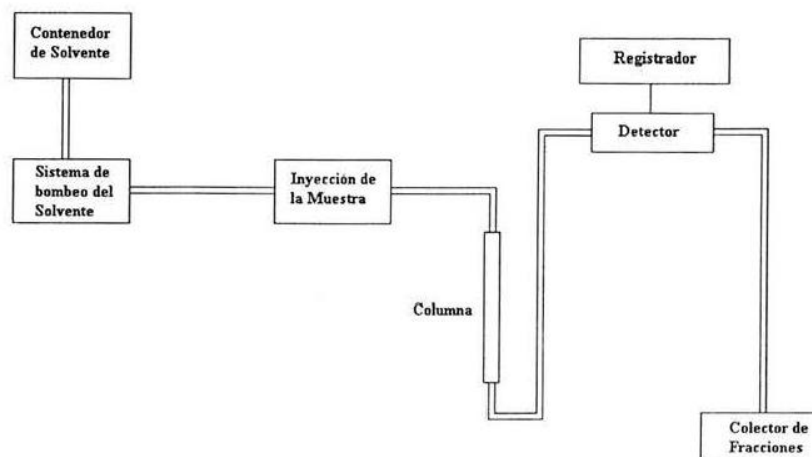


Figura 1.18. Esquema del equipo GPC típico

1.19 Microscopía de Fluorescencia

La fluorescencia es un fenómeno de luminiscencia que fue observado inicialmente por George Stokes en el año 1852, para luego ser explicada físicamente en el año 1935 por Alexander Jablonski. Es la propiedad que tienen ciertos elementos químicos denominados fluoróforos o fluorocromos de emitir luz visible cuando sobre ellos incide una radiación intensa, es decir, absorben una luz de una longitud de onda determinada y luego emiten otra luz de una mayor longitud de onda. (29)

Fluorocromo. Molécula capaz de absorber fotones y emitir fotones de menor energía (mayor longitud de onda). *Fluoróforo.* Parte del fluorocromo responsable de la emisión de la fluorescencia. (30)

La absorción de la luz de excitación eleva la molécula fluorocromo a un estado de excitación con mayor contenido de energía, S_1' . En este estado de excitación se mantiene un tiempo determinado, de 10^{-9} a 10^{-8} s, en el cual la molécula sufre cambios conformacionales e interacciones con las moléculas de su entorno. Parte de la energía del estado S_1' se disipa creándose un estado de menor energía hasta volver a su estado fundamental S_0 . (29)

Cuando se modifica asfalto con polímero, es importante determinar la distribución de éste en el asfalto, para ello se utiliza la técnica de microscopía en fluorescencia, la cual utiliza vapor de mercurio para hacer incidir luz ultravioleta en la muestra con polímero. (6)

En las imágenes de la microscopía, se tienen dos fases, una clara y una oscura, la fase clara es rica en copolímero, mientras que la fase oscura es el asfalto, es decir, la fase rica en copolímero absorbe menos energía y emite la mayor parte de la energía que recibe la muestra, mientras que el asfalto absorbe la energía y aparece en fondo negro. (2)

Los copolímeros de bloque estireno-butadieno son fluorescentes a la luz ultravioleta. (1)

2 Desarrollo Experimental

A continuación se muestra un listado del material empleado en los experimentos involucrados en la reconstitución del asfalto, en la modificación con polímero Vector V2411, y en las pruebas de segregación, temperatura de ablandamiento y penetración.

Tabla 2.1. Material y Equipo Utilizados

| Material o Equipo | Cantidad | Características |
|--|-----------|--|
| Asfalto AC-20 de la Refinería de Salamanca | Necesario | Libre de objetos sólidos y humedad |
| <i>n</i> -Heptano | Necesaria | Grado Industrial |
| Etilenglicol | Necesario | Grado industrial |
| Aceite para automóvil | Necesario | Marca: LTH. Tipo: SAE 40 |
| Agua de enfriamiento | Necesaria | Temperatura ambiente. Ciudad de México. 25 °C. |
| Papel filtro | Necesario | Marca: Whatman. Tipo 52. Cat No 1452 125 |
| Hule | Necesario | No aplica. |
| Placa de teflón | 2 | Largo: 12 cm Ancho: 7 cm |
| Cinta teflón | Necesaria | No aplica |
| Papel aluminio | Necesario | No aplica |
| Fibra aislante para destilación | Necesaria | No aplica |
| Balanza digital | 1 | Marca: Mettler-Toledo. Modelo: AG245. Intervalo: 1 mg - 245 g. ± 1 % |
| Balanza granataria | 1 | Marca: OHAUS. Modelo: 700-800 Series. Intervalo: 1 g - 999 g. ± 5 % |
| Manguera para tubo refrigerante | 2 | 12 mm |
| Manquera para filtrado al vacío | 1 | 20 mm |
| Parrilla con agitación magnética | 1 | Marca: Cimarec. Modelo: Thermo-Scientific. Intervalo: 5 °C - 530 °C. ± 5 % |
| Parrilla con resistencia eléctrica | 1 | Marca: Bonhaus. 127 V. 60 Hz. 650 W. |
| Regulador de voltaje | 1 | Marca: Staco. Modelo: 3PN1010B. Input: 120 V. Output: 0-140 V. 50/60 Hz. 12 A. |
| Controlador de temperatura | 1 | Marca: Digi Sense. Modelo: 68900-11. 50/60 Hz. 0.6 A. |
| Motor eléctrico | 1 | Marca: IKA Digital. Modelo: OST 20. 100-120 V. 50/60 Hz. 87 W. 72-2400 rpm. Set: 200 rpm |
| Portaobjetos | 9 | No aplica |
| Cubreobjetos | 9 | No aplica |
| Microscopio de fluorescencia | 1 | (Ver la sección Caracterización del asfalto. Prueba de microscopía de fluorescencia) |
| Cromatógrafo GPC | 1 | (Ver la sección Caracterización del polímero. Prueba de cromatografía GPC) |
| Propela | 1 | Acero inoxidable. Semihelicoidal de dos hojas. Diámetro: 1.5 in. |
| Recipientes para baños de aceite | 2 | 1 de Acero. Largo: 60 mm. Diámetro: 90 mm. Espesor: 5 mm. |

Desarrollo Experimental

| Material o Equipo | Cantidad | Características |
|--|------------|--|
| | | 1 de Aluminio. (Ver la sección Caracterización del asfalto. Prueba de segregación) |
| Barra de hierro | 3 | Hierro. Largo 30 mm. Diámetro 2 mm |
| Tubo de aluminio | 15 | Diámetro: 22 mm. Tan-tan: 120 cm |
| Charola de aluminio | 45 | Diámetro: 60 mm. Altura: 15 mm |
| Recipiente de aluminio | 15 | Diámetro: 65 mm. Altura: 65 mm |
| Abrazadera con mango | 1 | Metálica. Suficiente para diámetros menores a 8 cm |
| Agitador magnético | 3 | 1 de 20 mm. 2 de 40 mm |
| Vaso de precipitados | 3 | 1 de 500 mL. 2 de 1 L |
| Columpio | 1 | Estandarizado. ASTM D36. |
| Anillo para prueba de temperatura de ablandamiento | 4 | Estandarizado. ASTM D36. |
| Anillo centrador para prueba de temperatura de ablandamiento | 1 | Estandarizado. ASTM D36. |
| Balines para prueba de temperatura ablandamiento | 3 | Estandarizado. ASTM D36. |
| Aguja para prueba de penetración | 1 | Estandarizada. ASTM D5. (Ver la sección Caracterización del asfalto. Prueba de penetración) |
| Penetrómetro | 1 | Marca: Humboldt. Modelo: SHP 200. Pesa: 50 g |
| Matraz Kitasato | 1 | 500 mL |
| Reactor | 1 | 4 L.Tapa C/Juntas 24/40 |
| Matraz de bola de dos bocas | 1 | 500 mL. Bocas esmeriladas. 24/40 |
| Te de destilación | 1 | Bocas esmeriladas. 24/40 |
| Tubo refrigerante | 1 | Bocas esmeriladas. 24/40 |
| Probeta | 1 | 100 mL |
| Recipiente para baño de etilenglicol | 1 | Cilíndrico. Vidrio pyrex. Diámetro: 10 cm. Altura: 4 cm |
| Embudo para filtrado al vacío | 1 | Cerámica. 90 mm |
| Estufa | 1 | 100 °C |
| Tapones de hule | 2 | Para boquillas 24/40 |
| Tapón de hule perforado | 1 | Perforado. Para boquillas 24/40 |
| Termómetro digital | 1 | Marca: Barnant 90. Modelo: 600-2830. 9 V. ± 0.1 °C. |
| Termopar | 1 | Tipo J. 4 mm |
| Elevador mecánico | 1 | 4.5 in |
| Frasco de vidrio | 1 | 350 mL |
| Espátula | 2 | 1 Gruesa. 30 mm 1 Delgada. 6 mm |
| Soporte universal | Necesarios | No aplica |
| Pinzas de sujeción | Necesarias | No aplica |
| Desarmador | 1 | No aplica |
| Chuchillo | 1 | Metálico |

2.1 Separación del asfalto

En la siguiente metodología se siguió el procedimiento descrito por las normas ASTM D3279 y ASTM D4124.(14)(15)

Digestión. Se colocaron 35 g de asfalto AC-20 en el matraz de bola. Primero se verificó que el asfalto estuviese limpio y libre de humedad. La técnica se efectuó mediante la fractura mecánica del asfalto a temperatura ambiente (Nota 3). Primero se pesó el vaso de precipitados de 500 mL vacío en la balanza granataria, después se sumaron los 35.3 g con las pesas de la balanza y poco a poco se fueron agregando pequeños trozos de asfalto hasta que el brazo de la balanza se nivelara. Antes de trasvasarlo se agregó una cantidad conocida de *n*-heptano para dejar limpio el vaso de precipitados, después, en el matraz de bola se agregó la cantidad restante de *n*-heptano necesario (Nota 4).

Nota 3. Se optó por efectuar una ruptura mecánica del asfalto a temperatura ambiente debido a que en las técnicas de manipulación por calentamiento del asfalto se pueden perder componentes ligeros y se puede dañar el asfalto al generar puntos calientes debido a la baja conductividad térmica del asfalto. Este procedimiento nos dio una precisión de ± 0.3 g.

Nota 4. Se agregó *n*-heptano en una relación de 10 mL de disolvente por cada 1 g de asfalto. A diferencia de la normas ASTM D3279 y ASTM D4124, en las cuales esta relación es 10 veces mayor, 100 mL de disolvente por cada 1 g de asfalto. Se observa que la relación 1 g/10 mL es suficiente para disolver completamente el asfalto AC-20 utilizado en este proyecto. (14) (15)

| | |
|--------------------------|-------|
| Peso Vaso PP Inicial [g] | 219.0 |
| Peso Vaso PP Final [g] | 254.3 |
| Asfalto AC-20 [g] | 35.3 |
| <i>n</i> -heptano [mL] | 353 |

Se colocó el recipiente de cristal encima de la parrilla, con agitador magnético en un baño de etilenglicol con una temperatura de calentamiento de 110 °C.

Nota 5. La razón por la cual la temperatura de calentamiento fue de 110 °C y no de 90 °C se debe a la pérdida de energía hacia el medio provocada por la convección en la campana.

Posteriormente se colocó el matraz con el agitador magnético en el baño con el tubo refrigerante en posición de reflujo como se muestra en la Figura 2.1 (Se usó

fibra de vidrio como medio aislante, no se muestra en la figura). La mezcla permaneció en calentamiento con agitación continua hasta que empezó a su ebullición, se dejó en reflujo durante 2 horas a fin de garantizar la separación de las fases.

Nota 6. En la normas ASTM D3279 y ASTM D4124 indican sólo una hora, se decidió emplear dos horas debido a que se tenía una menor cantidad de solvente. Se observó en el fondo del matraz que con dos horas el asfalto se había disuelto completamente. (14) (15)

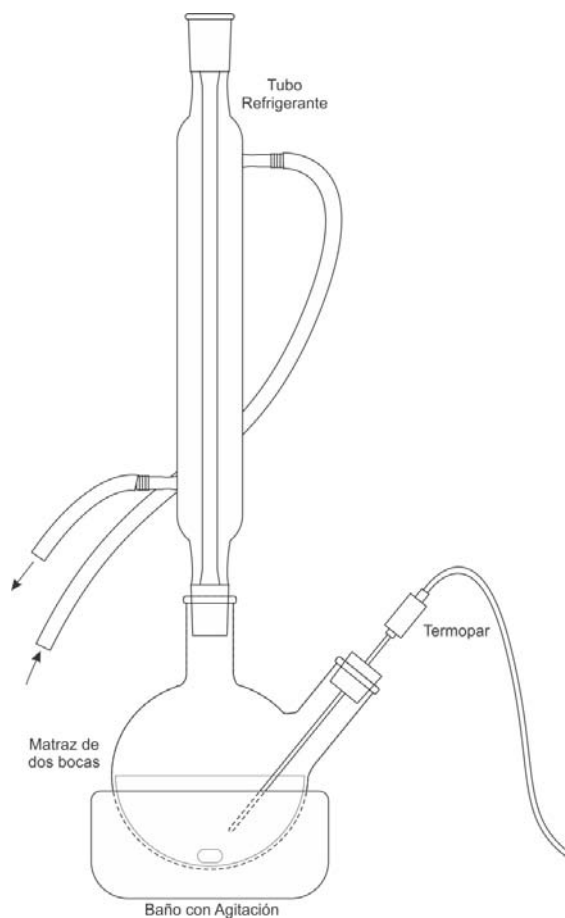


Figura 2.1. Digestión

La temperatura del reflujo se mantuvo en 89.1 ± 0.1 °C debido a las condiciones de presión de la ciudad de México que es de 585 mmHg.

| | | | |
|--------|------|------|------|
| T [°C] | 89.0 | 89.1 | 89.2 |
|--------|------|------|------|

De acuerdo a la literatura, el *n*-heptano, a las condiciones de presión del laboratorio, Ciudad de México (585 mmHg), debería empezar a ebullición a 90.4 °C

aproximadamente, sin embargo, ebulle a 89.1 °C, esto puede deberse a que al tratarse de una mezcla, las fuerzas intermoleculares modifiquen la fugacidad del *n*-heptano. (31)

Después de transcurridas las dos horas y al haberse enfriado la mezcla, se dejó reposar por 24 horas con el objetivo de que las fases obtenidas se separaran por decantación. (14)

Filtración al vacío. Una vez que se dejó reposar durante 24 horas la mezcla se separó utilizando un sistema de filtrado al vacío con ayuda del matraz Kitasato, la manguera de 20 mm y el papel filtro (Ver Figura 2.2). (14)

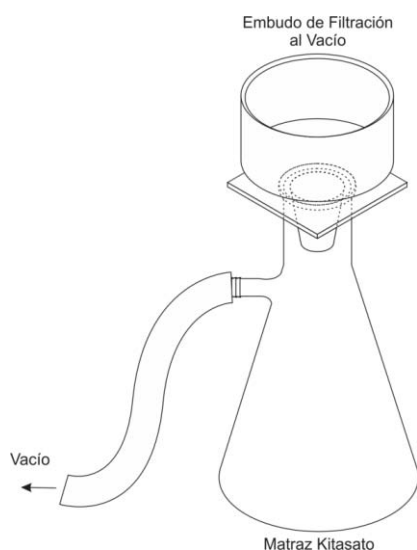


Figura 2.2. Filtración al vacío

Se pesó el papel filtro utilizado a fin de determinar la cantidad de sólidos que podría retener, una vez completado el proceso de secado. Se agregó *n*-heptano hasta que el líquido de filtración se tornara café traslúcido y no cambiara su tonalidad. (14)

Esta primera filtración retuvo poca cantidad de sólidos debido a la separación de las fases por decantación. Después se lavaron los sólidos contenidos en el fondo del matraz con ayuda de *n*-heptano y se efectuó una segunda filtración, en la cual fueron retenidos los sólidos restantes. (14)

Nota 7. Después la segunda filtración se dejó reposar por 24 horas a fin de que se evaporará la mayor cantidad de compuestos ligeros debido a que la cantidad de filtrado fue mucho mayor y su manipulación resultó más fácil en seco. (14) Lo anterior se puede ver de forma más clara en la Figura 2.3, en donde se muestra la diferencia entre la muestra seca (derecha) y la muestra húmeda (izquierda).



Figura 2.3. Filtrados

Después de que se secura de forma natural el asfalto, se fraccionó con ayuda de la espátula con la intención de que estuviera lo más fino posible (Ver Figura 2.4), se colocaron en un papel colector y se pusieron en una estufa a 100 °C durante 24 horas para eliminar los ligeros restantes junto con los papeles filtros utilizados en las dos filtraciones (Ver Figura 2.5). (14)



Figura 2.4. Asfaltenos

Se puede observar que los asfaltenos presentan distintas tonalidades entre marrón y negro. A continuación podemos observar la apariencia de cada uno de los papeles filtros empleados. El papel filtro utilizado en la primera filtración está claramente más limpio que el utilizado en la segunda filtración.

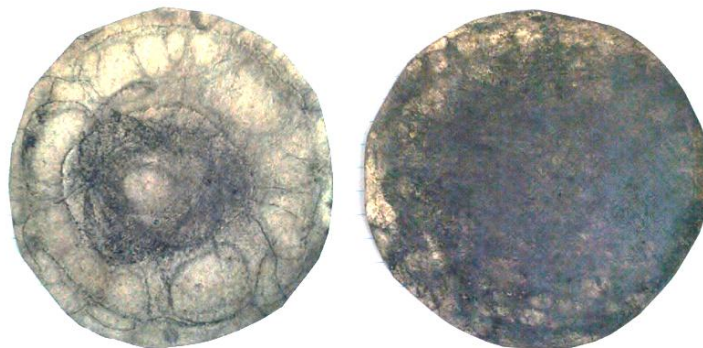


Figura 2.5. Comparación de papeles filtro usados

Los resultados obtenidos tras haber secado en la estufa los papeles filtro son los siguientes:

Tabla 2.2. Asfaltenos Recuperados

| Filtrado al vacío | | | |
|---|--------|------------------|---------------|
| Primer Filtrado | | Segundo Filtrado | |
| Peso Inicial [g] | 0.4469 | Peso Inicial [g] | 0.4294 |
| Peso Final [g] | 0.4488 | Peso Final [g] | 0.4447 |
| Asfaltenos Retenidos [g] | | 0.0172 | |
| Colector | | | |
| Peso Inicial [g] | 1.2703 | Peso Final [g] | 8.6011 |
| Asfaltenos Retenidos [g] | | 7.3308 | |
| Asfaltenos Totales Recuperados [g] | | | 7.3480 |

Destilación. Una vez obtenida la fase malténica en la filtración al vacío, la cual se encontraba libre de asfaltenos, pudimos devolver ésta al matraz de bola para destilar el *n*-heptano y obtener los maltenos, además de que así se recuperó la mayor parte del *n*-heptano utilizado. (15)

Del mismo modo que con el proceso de digestión, se colocó el matraz de bola en un baño de etilenglicol y el tubo refrigerante en posición de destilación como se muestra en la Figura 2.6 (Se usó fibra de vidrio como medio aislante, no se muestra en la figura). También se colocó un vaso de precipitados en un baño de hielo para contener el destilado y evitar que este se volatilice.

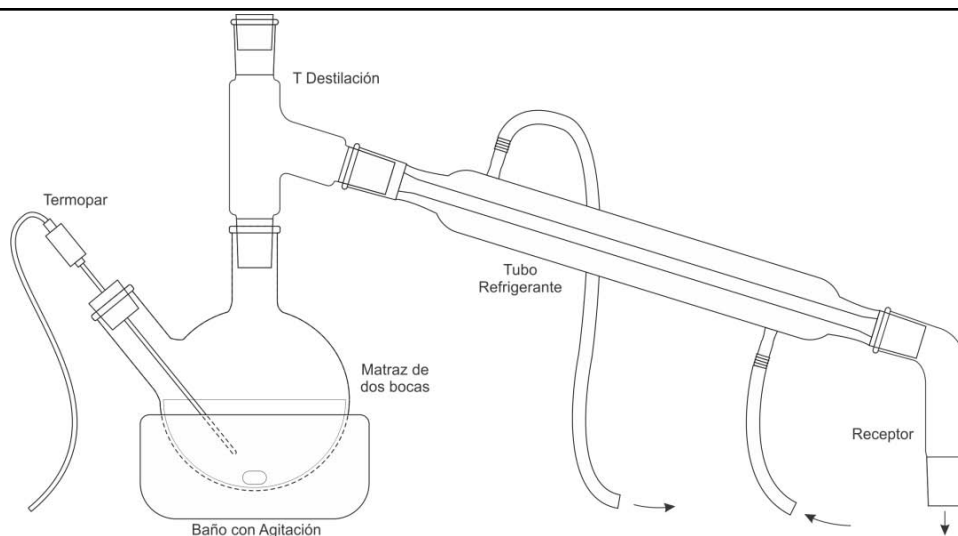


Figura 2.6. Destilación

Se construyó una curva de destilación registrando la temperatura de destilación conforme avanzaba el tiempo, conforme disminuía la cantidad de *n*-heptano en el matraz, mayor era la temperatura de destilación. Se comenzó a tomar el tiempo desde que surgió la primera burbuja a una temperatura de 81.1 °C, sin embargo, la destilación se logró hasta los 84.5 °C y culminó hasta que se alcanzaron 95.6 °C (Ver Gráfico 1). Una vez que se retiró el calentamiento, se dejó enfriar el matraz por una hora. En cuanto estuvo a temperatura ambiente para su fácil manejo se pesó el matraz con todo su contenido, es decir, el agitador magnético, y los maltenos con *n*-heptano residual, el peso neto de maltenos se obtuvo por la diferencia entre el peso conjunto del matraz, el agitador magnético y el recipiente, previamente pesados, los resultados se muestran en la Tabla 2.3.

Nota 8. Cuando la destilación alcanzó flujo constante continuó el reloj hasta que se tuvo una variación de más de 5 °C en dos minutos y se observó que el flujo de destilado disminuyó considerablemente. La inercia térmica hizo que la temperatura llegara hasta 101.4 °C.

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|
| t [min] | 0 | 20 | 32 | 33 | 42 | 44 | 56 | 69 | 88 | 90 | 105 | 110 | 112 | 114 | 118 | 122 | 124 | 126 | 128 | 130 | 133 | 134 |
| T [°C] | 23.4 | 81.1 | 84.5 | 84.6 | 84.6 | 84.7 | 84.8 | 84.9 | 85.1 | 85.3 | 85.3 | 85.4 | 85.7 | 85.9 | 86.2 | 86.6 | 86.9 | 87.4 | 87.7 | 90.3 | 95.6 | 101.4 |

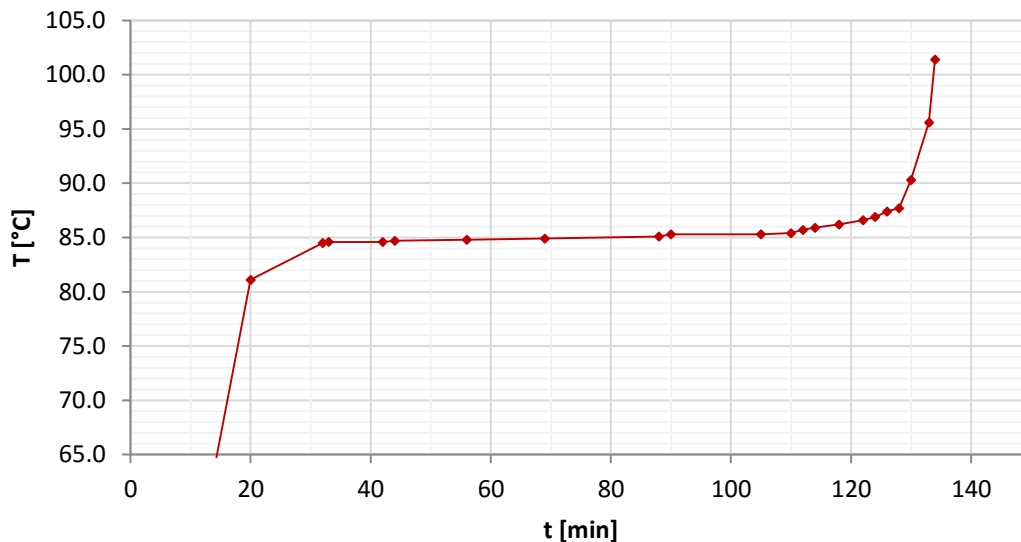


Gráfico 1. Curva de destilación

Tabla 2.3. Destilación

| Objeto | Masa [g] |
|--------------------------------|----------|
| Matraz dos Bocas | 549.1 |
| Agitador Magnético | 6.4 |
| Matraz con Agitador y Maltenos | 588.4 |
| Maltenos | 32.9 |

En la Figura 2.7 podemos observar la apariencia de los maltenos recién destilados y después de ser trasvasados, los cuales tienen un color café oscuro.

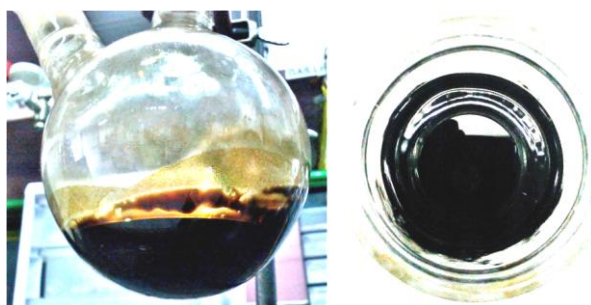


Figura 2.7. Maltenos

Efectuando el balance de masa al sumar las fracciones de asfaltenos y maltenos observamos que tenemos más masa que el lote inicial de 35.3 g, lo que significa que los maltenos pueden contener *n*-heptano. Sin embargo, la masa real de

maltenos se puede obtener a partir de la diferencia entre el peso del lote de asfalto AC-20 y los asfaltenos netos recuperados.

Tabla 2.4. Balance de masa

| Compuesto | [g] | Punto |
|--------------------------|------|------------|
| Asfalto AC-20 | 35.3 | Inicial |
| Maltenos R | 32.9 | Recuperado |
| Asfaltenos N | 7.3 | |
| Total | 40.2 | |
| Maltenos N | 28.0 | Neto |
| Total N | 35.3 | |
| % Neto Maltenos | 79.2 | |
| % Neto Asfaltenos | 20.8 | |

Se pudo observar que el porcentaje de asfaltenos es cercano al 20 %, empíricamente se ha observado que el asfalto comercial AC-20, clasificado de acuerdo a su viscosidad, (18) tiene un porcentaje similar al de su denominación, sin embargo, este no es el fundamento de dicha graduación, la graduación se realiza a partir de los valores de viscosidad.

Escalado en reactor. Para ésta fase del proyecto, se conoció la proporción de asfaltenos-maltenos en el asfalto AC-20, una vez obtenido esto, se escaló el procedimiento descrito con anterioridad para producir 10 veces la cantidad anterior de asfaltenos y maltenos, utilizando el reactor de 4 L.

Nota 9. Los procesos de digestión y filtración y destilación se repitieron para el reactor de 4 L con el fin de obtener la suficiente cantidad de asfaltenos y maltenos que necesitamos para producir los asfaltos modelo. El procedimiento escalado que veremos a continuación se efectuó dos veces con el fin de obtener las cantidades de asfaltenos y maltenos necesarias en los próximos apartados.

Digestión. El sistema de reflujo se coloca con los mismos componentes, teniendo cuidado de sellar bien el reactor con la ayuda de una prensa y una junta o empaque de hule como se muestra en la Figura 2.8. A partir del procedimiento descrito en el apartado de digestión, descrito con anterioridad. Se colocaron 350.7 g de asfalto y se le adicionaron 3.5 L de *n*-heptano. Se mantuvo en posición de reflujo durante 2 h con agitación constante. Se utilizó un baño de aceite a 120 °C para controlar la temperatura.

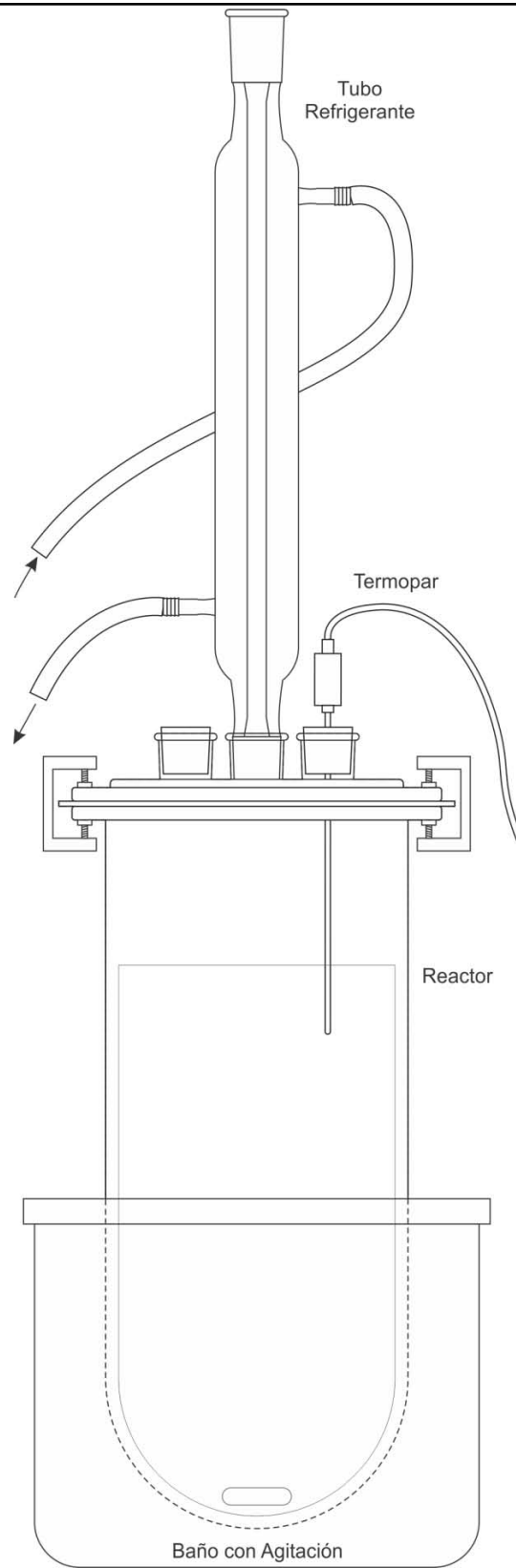


Figura 2.8. Digestión con reactor

Filtración al vacío y Destilación. Una vez efectuado el reflujo, y transcurrido el tiempo de reposo de la mezcla, se filtró al vacío como se realizó anteriormente y se preparó la fase líquida, con *n*-heptano y maltenos para su separación, colocándola de nuevo en el reactor para proceder con destilación (Ver Figura 2.9).

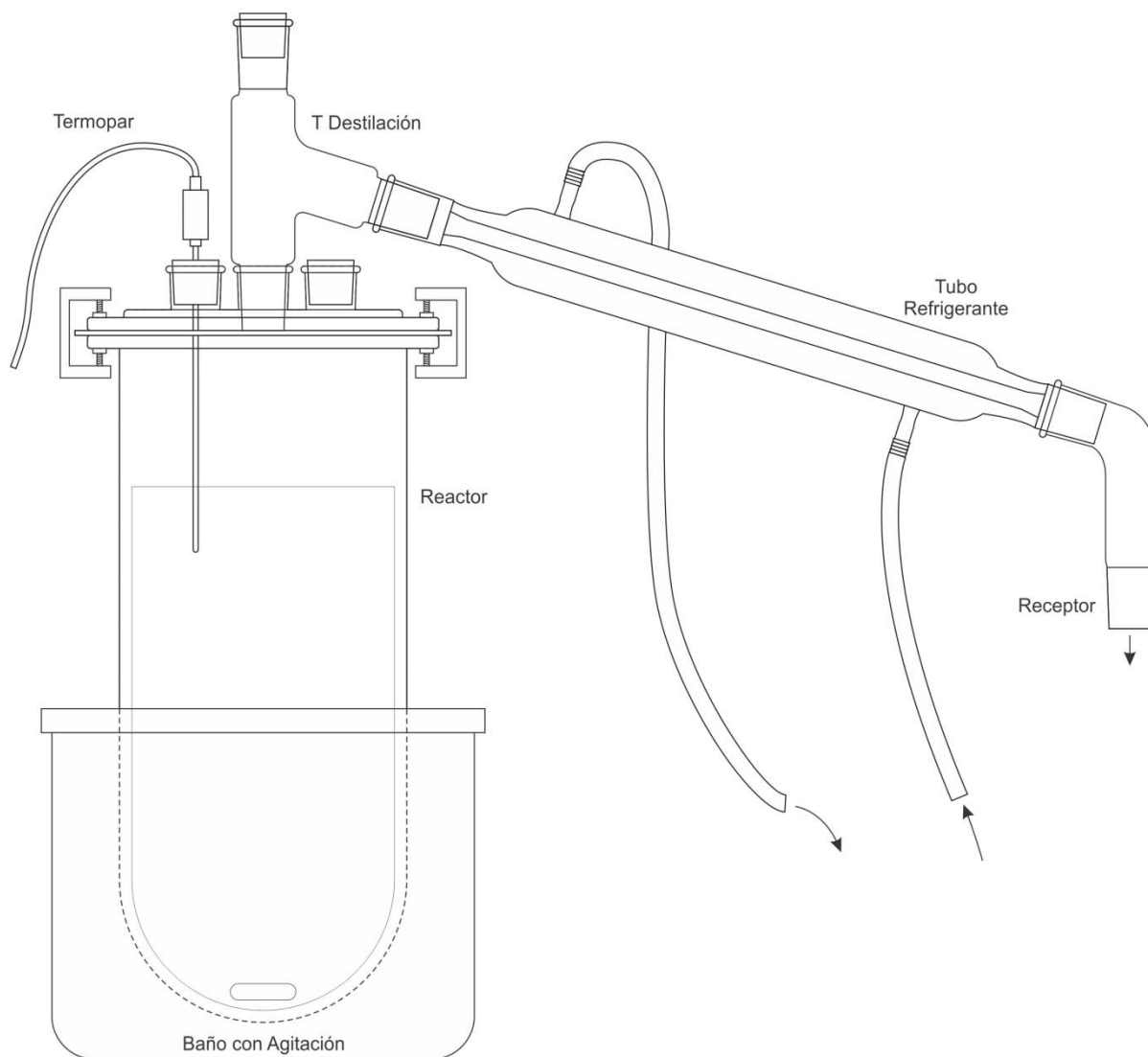


Figura 2.9. Destilación en reactor

2.2 Reconstitución y modificación del asfalto

Para preparar el asfalto al 10 % de asfaltenos se efectuó un balance de materia distinto al correspondiente de 30 % debido a que el asfalto con el que se cuenta tiene 20.8 % de asfaltenos, es decir, se tiene que agregar más cantidad de maltenos al asfalto AC-20 para obtener un asfalto con 10 % de asfaltenos (al que

denominaremos *As10*). Análogamente, se agregan asfaltenos al asfalto AC-20 para obtener asfalto con 30 % de asfaltenos (al que denominaremos *As30*).

Balance de materia para asfalto *As10*. El balance total queda de la siguiente forma:

$$X + Y = 150 \text{ g}$$

Ecuación 2.1

Donde *X* son los gramos de AC20 necesarios, *Y* son los gramos de maltenos necesarios. El balance de maltenos queda de la siguiente forma:

$$0.792X + Y = 0.9(150 \text{ g})$$

Ecuación 2.2

0.792 es la fracción real de maltenos obtenida anteriormente en la experimentación, con el 20.8 % de asfaltenos. 0.9 es la fracción de maltenos deseada para 10 % de asfaltenos. Despejando *Y* del balance total obtenemos:

$$Y = 150 \text{ g} - X$$

Ecuación 2.3

Sustituyendo la Ecuación 2.3 en la Ecuación 2.2 y simplificando obtenemos:

$$0.792X + 150 \text{ g} - X = 0.9(150 \text{ g})$$

$$X(0.792 - 1) = 0.9(150 \text{ g}) - 150 \text{ g}$$

$$X = \frac{0.9(150 \text{ g}) - 150 \text{ g}}{(0.792 - 1)} = \frac{(150 \text{ g})(0.9 - 1)}{(0.792 - 1)} = \frac{(150 \text{ g})(-0.1)}{(-0.208)}$$

$$X = 72.06 \text{ g de asfalto AC-20}$$

$$Y = 77.94 \text{ g de maltenos}$$

Es decir que para obtener un lote de 150 g de asfalto reconstituido *As10* necesitamos mezclar 77.94 g de maltenos y 72.06 g de asfalto AC-20.

Balance de materia para asfalto As30. Del mismo modo, para reconstituir al 30 % necesitamos agregar en esta ocasión asfaltenos para aumentar su proporción.

El balance total se conserva (Ver Ecuación 2.1):

$$X + Y = 150 \text{ g}$$

Donde X son los gramos de AC-20 necesarios, Y son los gramos de asfaltenos necesarios. Despejando Y del balance total obtenemos (Ecuación 2.3 para asfaltenos):

$$Y = 150 \text{ g} - X$$

El balance de asfaltenos queda de la siguiente forma:

$$0.208X + Y = 0.3(150 \text{ g})$$

Ecuación 2.4

Sustituyendo la Ecuación 2.3 en la Ecuación 2.4 y simplificando obtenemos:

$$0.208X + 150 \text{ g} - X = 0.3(150 \text{ g})$$

$$X(0.208 - 1) = 0.3(150 \text{ g}) - 150 \text{ g}$$

$$X = \frac{0.3(150 \text{ g}) - 150 \text{ g}}{(0.208 - 1)} = \frac{(150 \text{ g})(0.3 - 1)}{(0.208 - 1)} = \frac{(150 \text{ g})(-0.7)}{(-0.792)}$$

$$\mathbf{X = 132.60 \text{ g de asfalto AC-20}}$$

$$Y = 150 \text{ g} - 132.60 \text{ g}$$

$$\mathbf{Y = 17.40 \text{ g de asfaltenos}}$$

Es decir, tenemos que agregar 17.40 g de asfaltenos a 132.60 g de asfalto AC-20 para obtener un lote de 150 g de asfalto reconstituido As30.

Balance de materia para asfalto modificado. Para producir un lote de 150 g de asfalto modificado con polímero SB V2411 fue necesario efectuar los siguientes cálculos.

$$AM = V2411 + AR$$

Ecuación 2.5

Donde AM son los gramos totales de asfalto modificado, AR son los gramos de asfalto reconstituido necesarios y $V2411$ son los gramos de polímero necesarios.

Por ejemplo, para producir 150 g de asfalto As10 modificado con polímero V2411 al 1 %:

$$150 \text{ g As10 } M = (0.01)(150 \text{ g}) V2411 + 0.99(150 \text{ g}) \text{ As10}$$

$$150 \text{ g As10 } M = 1.5 \text{ g V2411} + 148.5 \text{ g As10}$$

A su vez, respetando la proporción obtenida en el balance de masa para asfalto reconstituido obtenemos lo siguiente:

$$X \text{ g AC} \cdot 20 = (72.1 \text{ g AC} \cdot 20) \left(\frac{148.5 \text{ g As10}}{150 \text{ g As10}} \right) = \mathbf{71.3 \text{ g de asfalto AC-20}}$$

$$X \text{ g Ma} = (77.9 \text{ g AC} \cdot 20) \left(\frac{148.5 \text{ g As10}}{150 \text{ g As10}} \right) = \mathbf{77.2 \text{ g de maltenos}}$$

Nota 10. De forma análoga se efectuó el mismo procedimiento matemático para obtener las cantidades de asfaltenos y maltenos requeridas para producir lotes de asfaltos modelo y posteriormente modificarlos con polímero Vector 2411.

Reconstitución. Efectuando el mismo análisis matemático para producir los lotes deseados de asfalto se llevó a cabo el siguiente procedimiento experimental, el cual no se encuentra estandarizado y se ha basado en experimentos efectuados en trabajos de investigación sobre los cuales está basado este proyecto (1) (2) (6) (10) se han efectuado modificaciones a los procedimientos mencionados para garantizar la correcta incorporación de los componentes de los asfaltos modelo a producir.

Utilizando la balanza granataria, se pesó cada uno de los recipientes metálicos, dependiendo de qué tipo de asfalto se deseara obtener (As10 ó As30), se fijaron las pesas hasta que se obtuviera el peso sumado de la lata con los maltenos o asfaltenos, respectivamente.

Nota 11. Los maltenos fueron colocados con ayuda de una espátula debido a que éstos son muy viscosos y tienden a adherirse. El polímero se agregó después, debido a que primero es necesario producir asfalto modelo, si se agregara el polímero inicialmente, este competiría inmediatamente con los asfaltenos por los maltenos, con lo que no se lograría una correcta difusión del polímero.

Nota 12. Los datos obtenidos para la reconstitución del asfalto se muestran en el Anexo I. Resultados Experimentales donde se encuentran los pesos de cada una de los recipientes metálicos, los pesos de cada una de las fracciones de asfalto, la cantidad de asfalto AC-20 requerida y la cantidad de polímero para ser empleado posteriormente en el apartado de modificación.

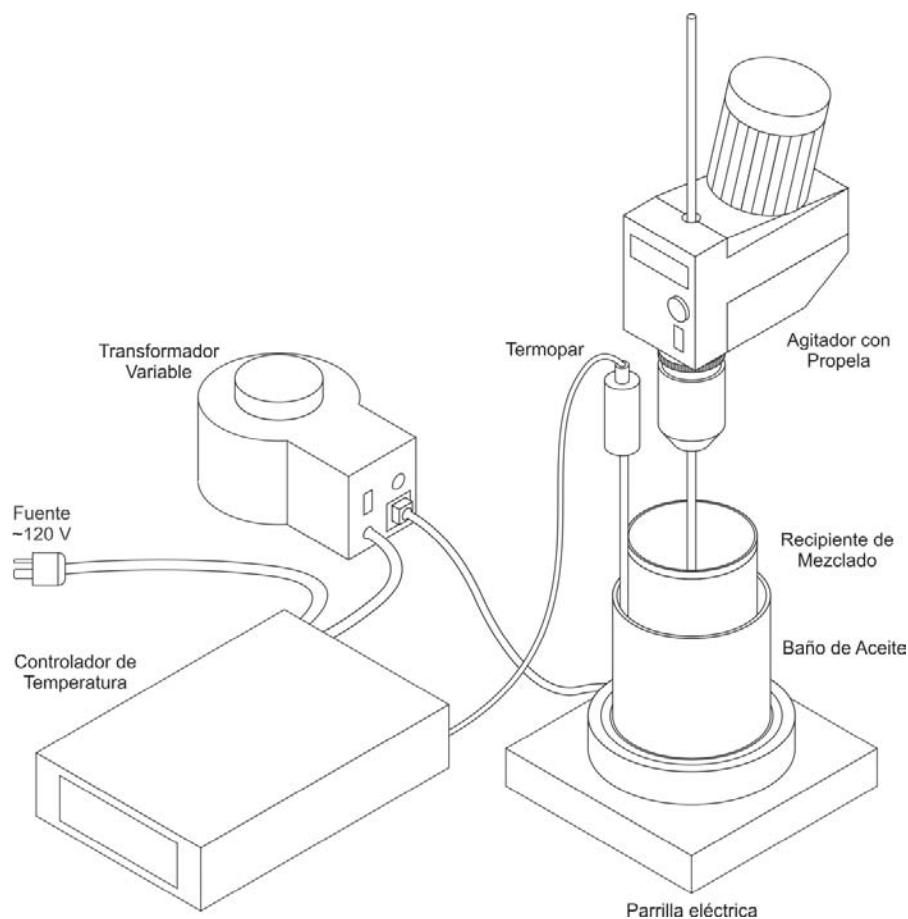


Figura 2.10. Equipo de reconstitución y modificación del asfalto

Se colocó el recipiente junto con los componentes en un baño de aceite, como se indica en la Figura 2.10. El controlador de temperatura se conecta a la red eléctrica de 120 V, en él se programa la temperatura deseada (Set Point). El conector del termopar se instala en el controlador, esta sonda de temperatura proporcionará la información al controlador para comparar la temperatura del sistema con el valor deseado del set point, si la temperatura del sistema es inferior

a la temperatura programada, el controlador envía pulsos de 120 V hacia la parrilla de calentamiento, para la protección de la parrilla se instala un regulador de voltaje (transformador variable), el cual se conecta al controlador recibiendo pulsos de 120 V, el regulador disminuye el voltaje con lo cual, la parrilla recibe este voltaje amortiguado, produciendo un calentamiento moderado. La punta del termopar se colocó entre el baño de aceite y el recipiente con las muestras teniendo precaución de que éste no tocara las paredes de los recipientes, esto cierra el circuito de control de temperatura.

El recipiente con las fracciones se fijó con ayuda de una abrazadera metálica (no se muestra en la figura), con una llave de broquero se colocó la propela en el motor eléctrico. Se inició el calentamiento hasta 120 °C para que la mezcla se tornara lo suficientemente fluida para sumergir la propela y se continuó el calentamiento hasta 150 °C. En ese instante se encendió el motor a razón de 200 rpm y se continuó incrementando la temperatura hasta 180 °C durante 2 horas.

Número de Reynolds de agitación. Para garantizar que nuestro mezclado fuera adecuado, se obtuvo el número de Reynolds de agitación de nuestro sistema (Ver Anexo III. Tecnología de Mezclado). Se usó una propela semihelicoidal de dos hojas. No fue necesario el uso de deflectores aunque se formó un vórtice, sin embargo, este no presentó un comportamiento inestable. Los resultados se muestran a continuación: (32)

| | | | |
|-----------------------------|------|-----------------------------|-------|
| RPM | 200 | | |
| D [in] | 1.5 | D [m] | 0.038 |
| v_r [m/min] | 23.9 | v_r [m/s] | 0.40 |
| μ [P] [g/cm s] | 100 | μ [kg/m s] | 10 |
| ρ [g/cm ³] | 0.96 | ρ [kg/m ³] | 960 |
| Re _a | 1.46 | | |

El Reynolds de agitación fue menor a 10, por lo cual tenemos un régimen laminar, evitando la proyección del material hacia fuera del recipiente de mezclado, por este motivo la agitación se continuó durante dos horas con el fin de garantizar un mezclado homogéneo y favoreces la transferencia de maltenos hacia el interior de

las partículas de polímero. En la modificación, el mezclado se efectuó durante 4 horas para proporcionar un mayor tiempo de mezclado. (31)

Nota 13. No se debe sumergir la propela ni encender el motor hasta que la muestra no esté lo suficientemente fluida, de no ser así, se puede desestabilizar el recipiente y la fuerza del impulso puede tirar el motor.

Modificación. Concluido el tiempo de reconstrucción del asfalto, se procedió a colocar, poco a poco, el polímero con ayuda de una espátula, teniendo cuidado que este no quedara pegado a la propela a causa de la temperatura. Después de esto, se mantuvieron las condiciones de temperatura y mezclado por 4 horas. Una vez transcurrido este tiempo se apagó el motor y se retiró la propela, con ayuda de la abrazadera, se vació el asfalto líquido en una charola, previamente marcada con el nombre de la muestra, y a uno de los tubos de aluminio para efectuar después la prueba de segregación.

Nota 14. Durante la modificación, se debe tener cuidado al vaciar, previamente se limpia el recipiente metálico al retirarlo del baño de aceite, esto para evitar que el aceite toque a la preparación, el aceite contamina el asfalto.

A continuación se muestran las charolas con las muestras colectadas inmediatamente después de la modificación, podemos apreciar fácilmente el cambio en la apariencia de cada muestra debido a la cantidad de polímero usado.

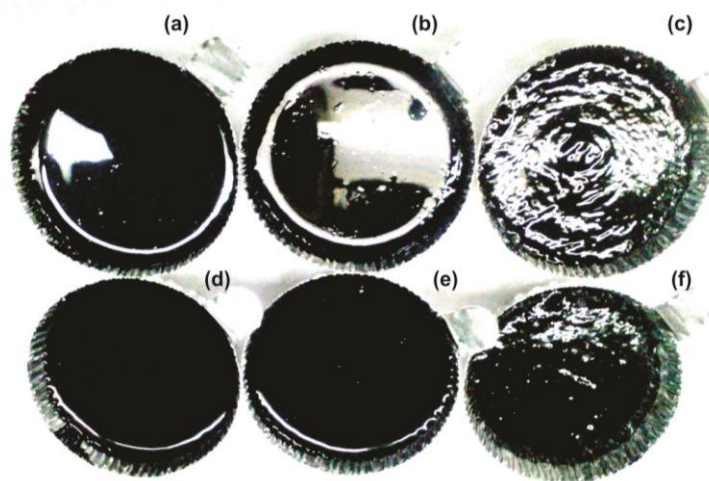


Figura 2.11. Modificaciones de asfalto con polímero V2411. As10 (a) 1 %, (b) 2 %, (c) 8 % y As30 (d) 1 %, (e) 2 %, (f) 8%.

2.3 Caracterización del asfalto

Prueba de segregación. Esta es una prueba de estabilidad bajo condiciones de almacenamiento estático. Consiste en la determinación de la tendencia a la separación del polímero en asfaltos modificados con polímero, (19) se efectúa de acuerdo a la norma ASTM D7173, sin embargo, en este procedimiento experimental se incluyen modificaciones debido a las condiciones propias del laboratorio en el cual fue efectuada la prueba.

Se mantuvo a temperatura constante durante 6 horas en condiciones estáticas empleando un baño de aceite a 180 °C, controlado por el regulador de temperatura, el termopar, la parrilla eléctrica y el regulador de voltaje, tal y como se muestra en la Figura 2.12. Una vez transcurridas las 6 horas, se dejó enfriar el baño junto con las muestras a temperatura ambiente. Cuando los tubos estuvieron lo suficientemente fríos, se retiraron del baño, teniendo cuidado de que el aceite no resbalara por las muestras y se colocaron en un baño de hielo. Con ayuda de un chuchillo caliente a 350 °C, el cual a esta temperatura corta fácilmente los tubos sin deformarlos, los cuales fueron seccionados como se muestra en la Figura 2.13.

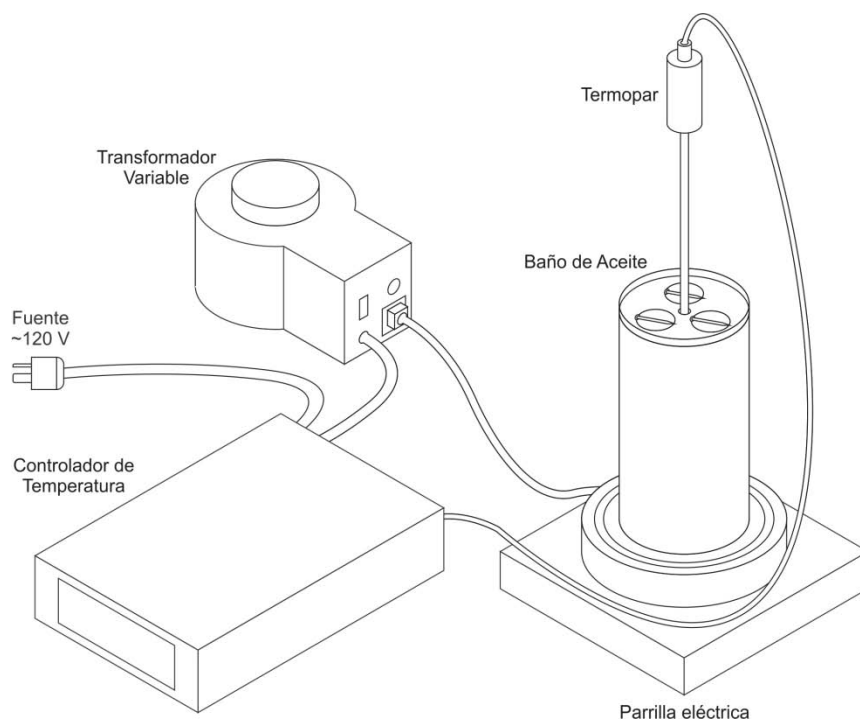


Figura 2.12. Prueba de segregación

Nota 15. El baño de aceite consiste en una recipiente de aluminio de 17 cm de alto y 7.5 cm de diámetro, en el centro tiene un orificio de 4 mm de diámetro para el termopar y 3 orificios grandes de 2.5 cm para colocar un haz de tubos con muestras identificadas (Ver Figura 2.13). Este procedimiento se llevó a cabo cinco veces debido a que el baño de aceite sólo tiene capacidad para 3 tubos cada vez.

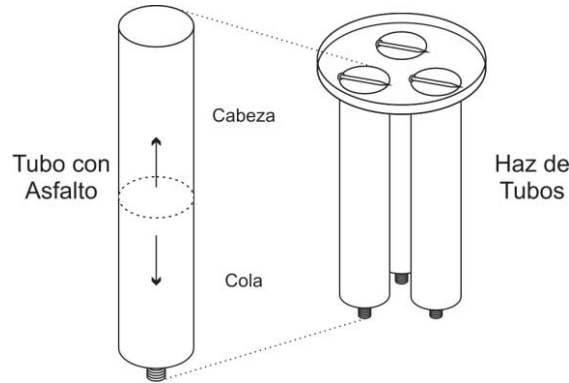
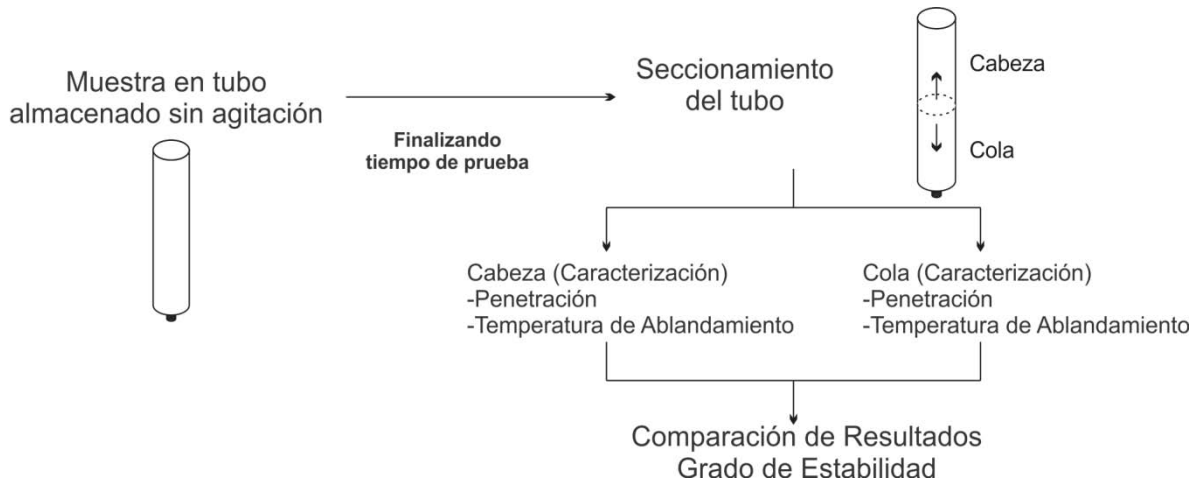


Figura 2.13. Haz de tubos

Nota 16. En la norma ASTM D7173 se colocan los tubos en una gradilla en posición vertical en un horno a 163 °C durante 48 h. (19)

A la parte superior del tubo, se denomina cabeza, a la parte inferior, la cual se encuentra tapada, cola. Una vez que se etiquetó y registró cada una de las partes, se fijó la temperatura en 220 °C, se colocó una charola previamente marcada, en ella agregamos sólo una sección del tubo (cabeza o cola) y se dejó derretir el asfalto, después se retiró el tubo sin asfalto y se mantuvo en calentamiento hasta que la superficie estaba homogénea, se efectuó este procedimiento con todas las muestras. A continuación se muestra un esquema simplificado del procedimiento experimental.



Nota 17. Se debe de tener cuidado de no subir demasiado la temperatura de la parrilla o de lo contrario se comienzan a formar burbujas, lo cual estropea la prueba debido a que el asfalto no presenta consistencia homogénea.

Nota 18. Los datos de reconstitución del asfalto y modificación de asfaltos modelo se pueden consultar en el Anexo I. Resultados Experimentales.

Prueba de penetración. Esta prueba se efectuó con base en la norma ASTM D5, y consiste en dejar caer una aguja sobre la superficie de la muestra durante 5 s. La aguja se monta en el extremo de una varilla, este arreglo tiene un peso de 50 ± 0.05 g. Al dispositivo se le coloca adicionalmente una pesa de 50 g, de tal forma que en conjunto se tienen 100 g. Todo se encuentra montado en el penetrómetro, el cual tiene un resorte que mueve una aguja para leer la distancia de penetración, los resultados se reportan en [dmm] (1/10 mm). (16)

Las características de la agua son las siguientes(16):

Marca Humboldt
Peso 2.5 g
Material Acero Inoxidable

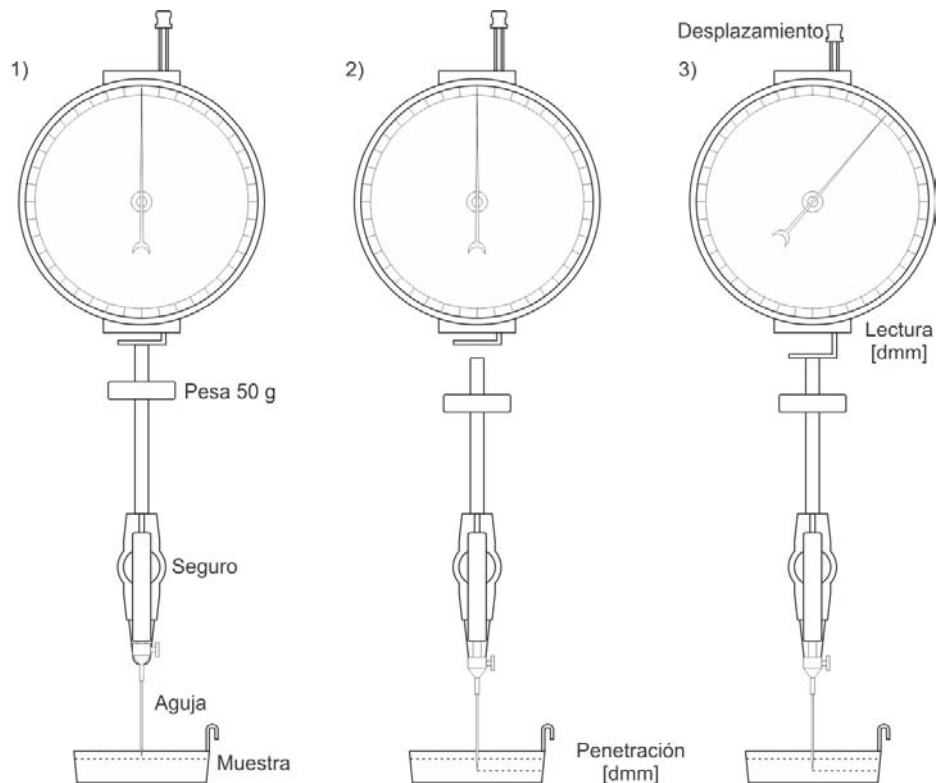


Figura 2.14. Prueba de penetración

Se limpi3 el aguja previamente con *n*-hetpano antes de cada medici3n y se coloc3 en el penetr3metro, posteriormente se tom3 una muestra y se coloc3 en el elevador manual, subiendo la muestra de tal forma que 3sta apenas tocara la punta de la aguja (Figura 2.14. 1). Posteriormente, con ayuda de un cron3metro se tom3 como inicio el momento en el que se presion3 el seguro de la pesa y se deja caer durante 5 s, al final de este lapso se solt3 el seguro (Figura 2.14. 2). Se desplaz3 la barra del medidor y se registr3 el valor de la penetraci3n (Figura 2.14. 3).

Este procedimiento se efectu3 10 veces para cada muestra, las mediciones no deben variar en m3s de tres unidades, de acuerdo a la norma, de no ser as3, se repite el experimento hasta obtener los resultados. El promedio de estas mediciones fue el reportado para cada muestra. (16)

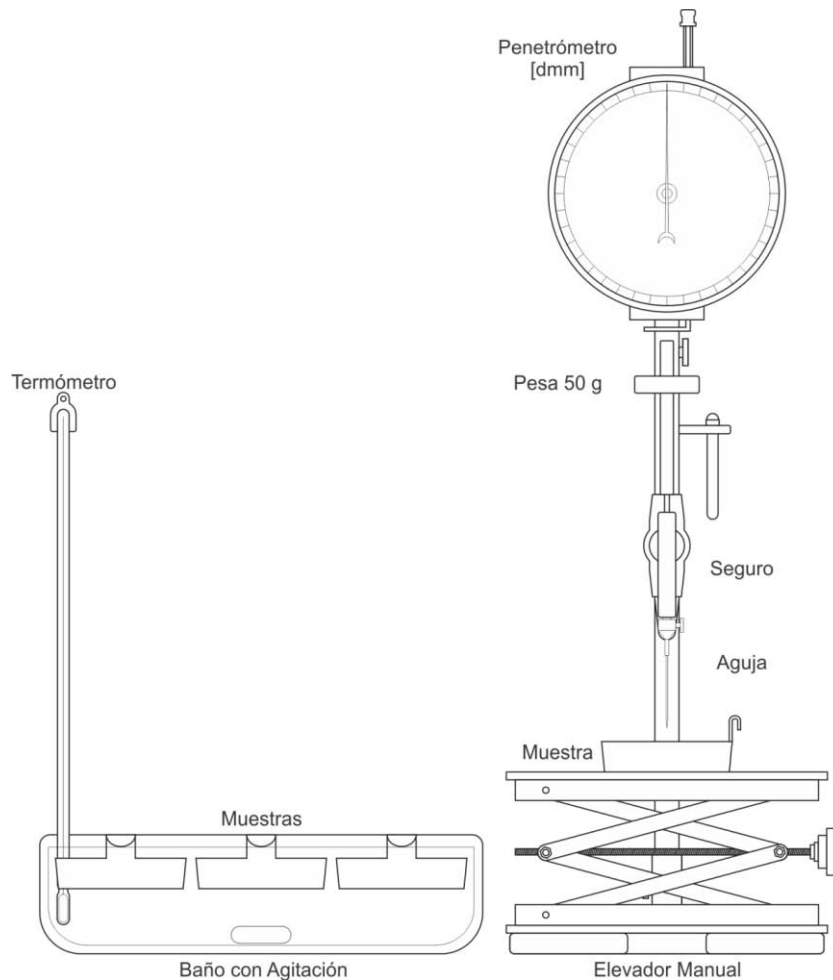


Figura 2.15. Penetr3metro y control de temperatura

Nota 19. Las muestras deben estar en un baño a 25 °C de acuerdo con la norma ASTM D5. En este proyecto se usó un baño de agua con agitación magnética (Ver Figura 2.15). Se recomienda regresar las muestras al baño después de cada penetración. (16) Se pueden efectuar varias mediciones con distintas muestras para agilizar el procedimiento y permitir a las muestras mantenerse a 25 °C. Debido a la baja conductividad térmica del asfalto, las muestras se mantienen en el baño alrededor de 2 h antes de efectuar las mediciones con el fin de garantizar una temperatura homogénea en toda la muestra.

Nota 20. Los resultados de las pruebas de penetración para las muestras de As10, AC-20 y As30 se pueden consultar en el Anexo I. Resultados Experimentales, los gráficos obtenidos a partir de estos datos y el análisis de los mismos se puede encontrar en la sección de Análisis.

Prueba de temperatura de ablandamiento. Esta prueba se efectuó con base en la norma ASTM D36, mediante un baño con un líquido inerte a la muestra (etilenglicol), colocando un balín de 3.5 g ± 0.05 g encima de un anillo que contiene la muestra de asfalto, elevar la temperatura a razón de 5 °C por minuto hasta que el balín penetre en el asfalto y lo deforme hasta una distancia conocida, tocando el fondo del soporte llamado "rack" o columpio. La temperatura en la cual el asfalto se deforme (ablande) hasta tocar el fondo del columpio se denomina como la temperatura de ablandamiento (Ver Figura 2.16). (17)

En el Anexo II. Normas ASTM, se puede consultar la norma ASTM D36, donde se muestra un esquema del equipo empleado.

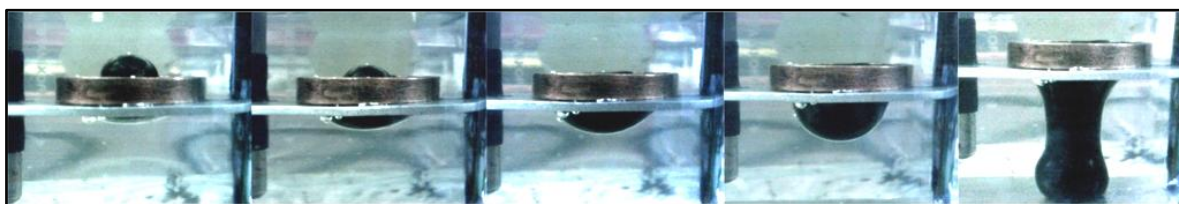


Figura 2.16. Prueba de temperatura de ablandamiento

Nota 21. Se hicieron pruebas preliminares para garantizar la razón óptima de calentamiento en el cual se tuvieran 5 °C por minuto. Este calentamiento depende de las condiciones de temperatura del laboratorio.

La preparación de las muestras para la determinación de la temperatura de ablandamiento consiste en fundir el material para vaciarlo en los anillos, soportados en placas de teflón para evitar que el asfalto se quedara adherido en la

parte inferior después de enfriarse, una vez que alcanzó la temperatura ambiente, con un cuchillo a 350 °C, se cortó el exceso de modo tal que la superficie de la película contenida en el anillo quedara plana como se muestra en la siguiente figura:



Figura 2.17. Anillo con asfalto

Se colocó un vaso de precipitados con etilenglicol sobre una parrilla apagada. Se montó el termopar en el columpio y se colocaron los anillos con asfalto uno por uno en el columpio, el columpio sólo tiene capacidad para dos anillos a la vez. En seguida, con el anillo centrador se colocaron cuidadosamente los balines para evitar que estos se movieran después de sumergirlos en el etilenglicol (Ver Figura 2.18). Se arrancó el calentamiento complementado con agitación moderada y se registraron las temperaturas de ablandamiento. (17)

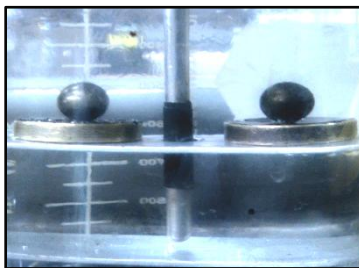


Figura 2.18. Anillos con asfalto y balines montados

Nota 22. El extremo del termopar fue recubierto con cinta aislante para evitar que este tocara el columpio, lo cual afectaría en el proceso de medición de temperatura.

Nota 23. Los resultados obtenidos de la prueba de temperatura de ablandamiento para las muestras de As10, AC-20 y As30 se pueden consultar en el Anexo I. Resultados Experimentales, los gráficos obtenidos a partir de estos datos y el análisis de los mismos se puede encontrar en la sección de Análisis.

Para las muestras en las cuales se presentó ruptura (Ver Figura 2.19), se tomó como temperatura de ablandamiento el momento en el cual el balín tocó el fondo

del columpio, esto sucedió para las muestras con mayor concentración de polímero, en la sección de la cabeza (Ver Análisis).



Figura 2.19. Ruptura en prueba de temperatura de ablandamiento

Prueba de microscopía de fluorescencia. Esta se efectuó con base en el conocimiento de que los polímeros de estireno-butadieno son fluorescentes a la luz ultravioleta. El equipo empleado tiene las siguientes características:

Marca Olympus
Modelo BX51. SN 32-0055C-334
Cámara Q Color 5 RTV. SN 32-0055C-334
Objetivos 4X. 10X. 40X. 100 X

Se decidió analizar tres muestras para cada tipo de asfalto modificado As10 M, AC-20 M y As30 M con distinto contenido de polímero Vector V2411 (1, 4 y 8 %) con el fin de analizar el grado de dispersión del polímero.

Se calentó cada muestra de asfalto modificado hasta 150 °C hasta el punto en el que se tornara fluido pero no demasiado para poder tomar una muestra con la espátula, se mezcló vigorosamente con ésta para mantener la muestra uniforme y evitar tendencia a la separación en las muestras con alto contenido de polímero. Los portaobjetos se identificaron y se calentaron junto con la muestra de asfalto, del mismo modo para los cubreobjetos. Se calentó durante 15 min a una razón de calentamiento lenta para evitar la ruptura de la película. Con la espátula se colocó una gota de asfalto modificado en su respectivo portaobjetos y se colocaron los cubreobjetos correspondientes. Estos no se presionaron, se permitió que la gota se difundiera entre el portaobjetos y el cubreobjetos, se debía tener cuidado que esta no tocara el borde a fin de formar un círculo con la muestra, también se procuró que ésta no tuviera un espesor demasiado grande. La Figura 2.20

muestra la forma en la que se colocó el portaobjetos con la muestra en la platina del microscopio. Se usó el Objetivo 40 X.

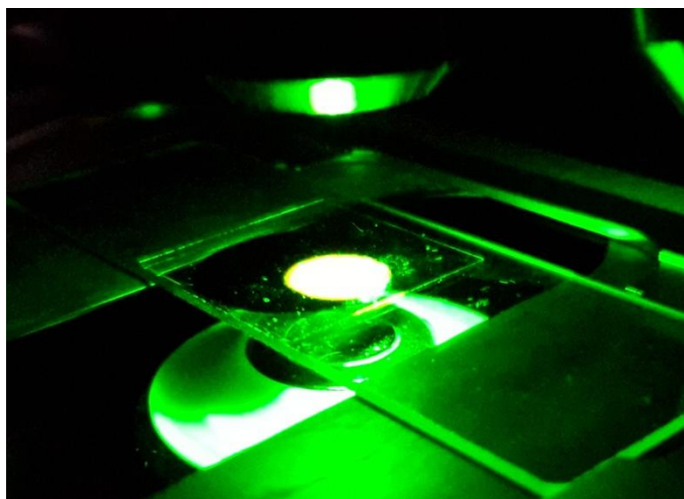


Figura 2.20. Prueba de microscopía de fluorescencia

Nota 24. Los resultados de la microscopía de fluorescencia se muestran en el Anexo I. Resultados Experimentales, el análisis de los mismos se efectuó en la sección de Análisis.

2.4 Caracterización del polímero

Para la caracterización del polímero se usó la técnica de cromatografía de exclusión molecular (SEC) también conocida como cromatografía de permeación en gel (GPC), con el fin de conocer la naturaleza estructural del polímero, esto debido a que dicho polímero, al ser un producto comercial de la empresa TSRC-Dexco®, no se revelan todas las características químicas de este. Como ya se mencionó con anterioridad, los dominios del polímero pueden afectar en la forma en que este compite con los maltenos por la unión con los asfaltenos, al ser una estructura radial, las características geométricas del polímero pueden producir la saturación de una de las fases y generar una inversión de fases en la mezcla, esto se puede relacionar con los resultados obtenidos en las pruebas de temperatura de ablandamiento y penetración y de este modo determinar el porcentaje máximo de polímero en la mezcla asfalto-polímero.

Prueba de cromatografía GPC. Esta prueba se usó para caracterizar el polímero empleado debido a que al ser un producto comercial, no se revelan todas las

características de este, y las que nos interesa conocer están relacionadas con la geometría y el tamaño de las moléculas del polímero. A continuación se muestran los datos técnicos y de fabricación del equipo de cromatografía empleado, para mayor información, se puede consultar el Anexo I. Resultados Experimentales.

Marca Agilent Technologies

Modelo OptiPlex GXa

Operación Flujo: 1.000 mL/min. Volumen Inyectado:

Temperatura: 23.000 °C. Concentración: 1.000 g/L

Solvente: THF. Solutos: Vector V2411

Nota 25. Vale la pena recalcar que la prueba de cromatografía en gel está tiene base en la hidrodinámica de disoluciones, la cual se hace una relación entre el tamaño de las moléculas y su peso molecular promedio, con base en la hipótesis de que la curva de calibración universal ajusta bien para la mayoría de los polímeros, como son el poliestireno, componente del copolímero Vector V2411, sin embargo, para el componente de polibutadieno no se tienen más referencias y la búsqueda de éstas se encuentra fuera de los objetivos de esta Tesis.

3 Análisis

3.1 Penetración

Nota 26. Los resultados obtenidos para la prueba de penetración se pueden observar en el Anexo I. Resultados Experimentales, con ellos se elaboraron los gráficos que se muestran a continuación.

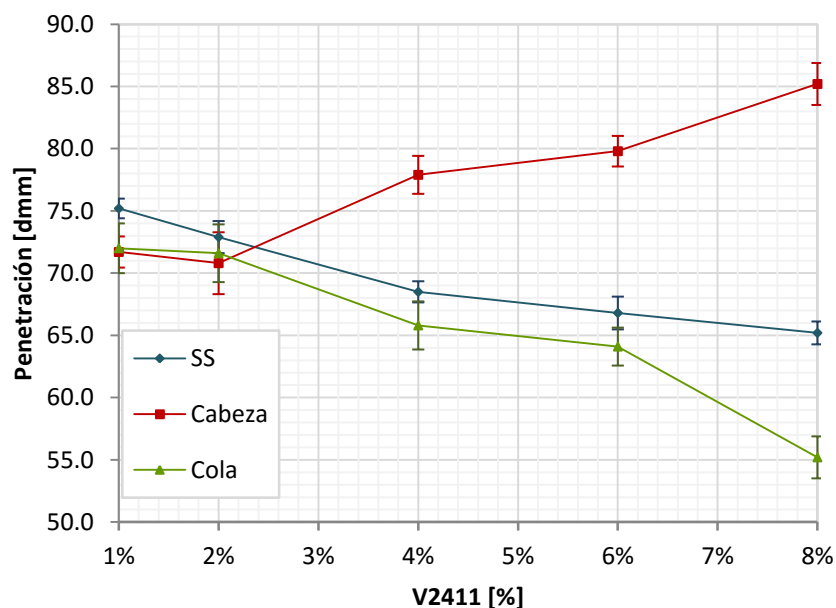


Gráfico 2. Penetración en asfalto As10 Modificado

Estos datos experimentales reportan la penetración de la aguja en la muestra de asfalto en décimas de milímetro (dmm, 10^{-1} mm) para distintas muestras de las secciones del asfalto modificado descritas en la sección anterior, con respecto a la variación del porcentaje m/m del polímero Vector V2411. Se añaden barras de error correspondientes a la desviación estándar asociada a este experimento. De acuerdo a la gráfica correspondiente al asfalto As10 modificado, para concentraciones de polímero menores al 2 %, prácticamente no se presenta tendencia a la separación entre las secciones de cabeza y cola. La muestra sin segregación (SS) presenta una penetración ligeramente mayor, lo cual puede deberse a la pérdida de compuestos ligeros durante el proceso de segregación. En las secciones SS y cola se observa que conforme aumenta la cantidad de polímero, disminuye la penetración, es decir, el asfalto se vuelve más resistente, sin embargo, para la muestra de la cabeza, se presenta el mismo comportamiento

hasta 2 % de polímero, después de esto la penetración aumenta considerablemente. Experimentalmente se observó que la sección de la cabeza tenía una gran cantidad de polímero y presentó más penetración; el polímero es sólido a temperatura ambiente y presenta un comportamiento elástico, en la sección de la cabeza, al concentrarse la mayor cantidad de polímero se presentaron propiedades más parecidas a este. (5)

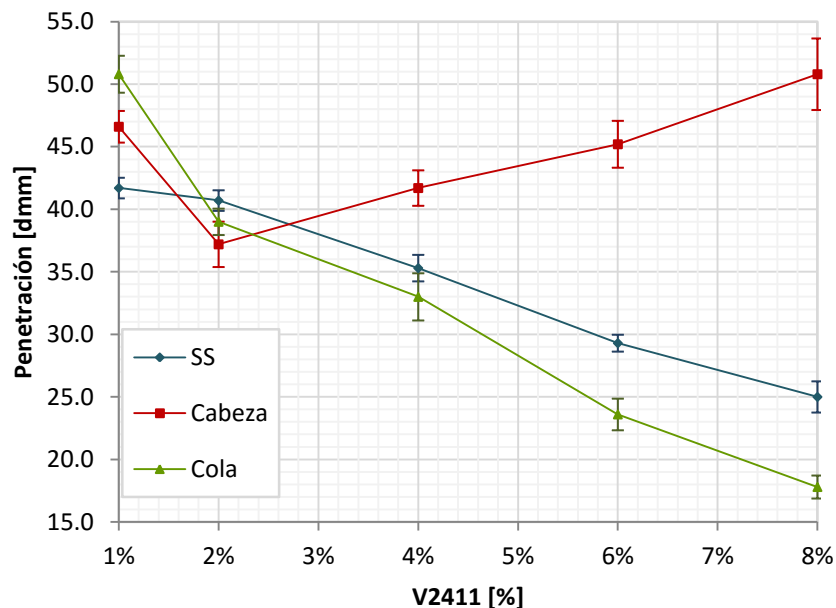


Gráfico 3. Penetración en asfalto AC-20 Modificado

En esta gráfica, correspondiente al asfalto AC-20 modificado, se observa un comportamiento similar al del asfalto As10 M, con menores valores de penetración, el asfalto AC-20 sin modificar es más resistente a la penetración que el asfalto As10. Considerando el error asociado, tanto la sección SS como la sección de la cola presentan un comportamiento inversamente proporcional a la adición del polímero, es decir, conforme aumenta el porcentaje de polímero, la penetración disminuye. Para la sección de la cabeza, se observó el mismo comportamiento inverso observado en la sección de la cabeza del asfalto As10 M, el cual se repite en el asfalto As30 M (Ver Gráfico 4), sin embargo, el punto de inflexión se encuentra a concentraciones mayores de polímero, es decir, la concentración máxima en la cual se presenta tendencia a la separación es mayor aumenta de acuerdo a la cantidad de asfaltenos presentes.

Nota 27. La sección de la cabeza presentó problemas en el índice de penetración en la sección de la cabeza, debido al comportamiento irregular a causa de la segregación del polímero.

En la muestra de asfalto As30 modificado (Ver Gráfico 4) se puede observar que no se presenta tendencia a la separación para muestras con porcentajes de polímero menores al 4 %, el comportamiento fue similar al Gráfico 2 y Gráfico 3, en las muestras sin segregación y cola, la penetración disminuyó de forma inversamente proporcional a la adición de polímero, mientras que la sección de la cabeza presentó comportamiento elástico debido a la presencia de polímero a causa de la segregación, el cual a temperatura ambiente es sólido. El asfalto As30 resultó ser más resistente a la penetración que el asfalto AC-20. (33)

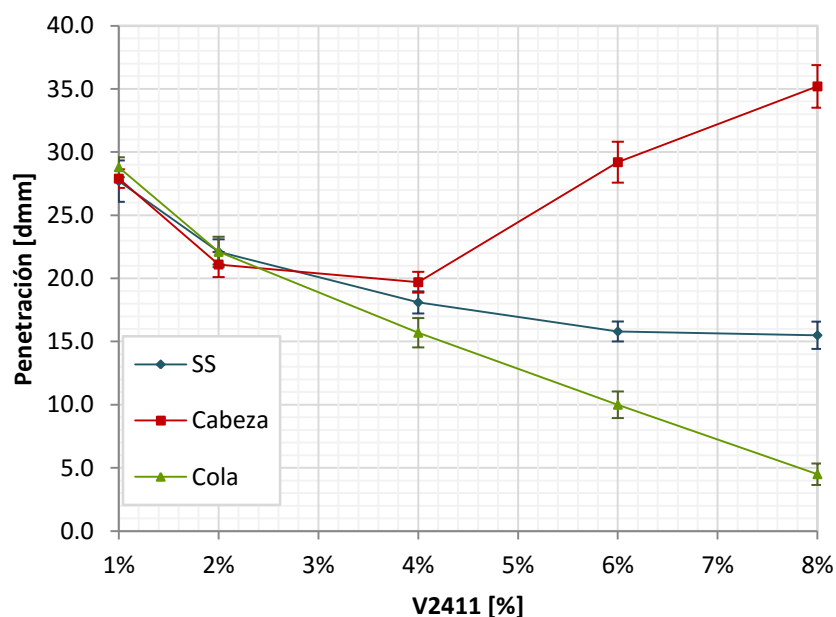


Gráfico 4. Penetración en asfalto As30 Modificado

El porcentaje máximo de polímero que la mezcla asfalto-polímero puede soportar es de 2%, de 2 % a 4 %, y 4 % para los asfaltos modificados As10, AC-20 y As30, respectivamente. Después de esto se obtiene un comportamiento que sugiere una inversión de fases o la saturación de la fase continua en la sección de la cabeza. Para comprobar lo anterior es necesario analizar los resultados obtenidos con la prueba de temperatura de ablandamiento. El porcentaje comercial máximo empleado es inferior a 3%, (4) por lo cual el polímero no presenta tendencia a la separación para esos valores en los resultados obtenidos.

3.2 Temperatura de ablandamiento

Nota 28. Los resultados obtenidos para la prueba de temperatura de ablandamiento se pueden observar en el Anexo I. Resultados Experimentales.

De acuerdo a la gráfica correspondiente a las muestras de asfalto As10 modificado (Ver Gráfico 5) se observa una temperatura de ablandamiento mayor a medida que aumenta el porcentaje de polímero. En las secciones SS y cola se observa un comportamiento casi lineal, sin embargo, para la sección de la cabeza, ésta aumenta de forma irregular debido a la mayor parte del polímero se concentró en esta sección después de la segregación (Nota 29). Antes del 2 % de concentración de polímero no se observó segregación en las muestras, resultados análogos a los obtenidos en la prueba de penetración.

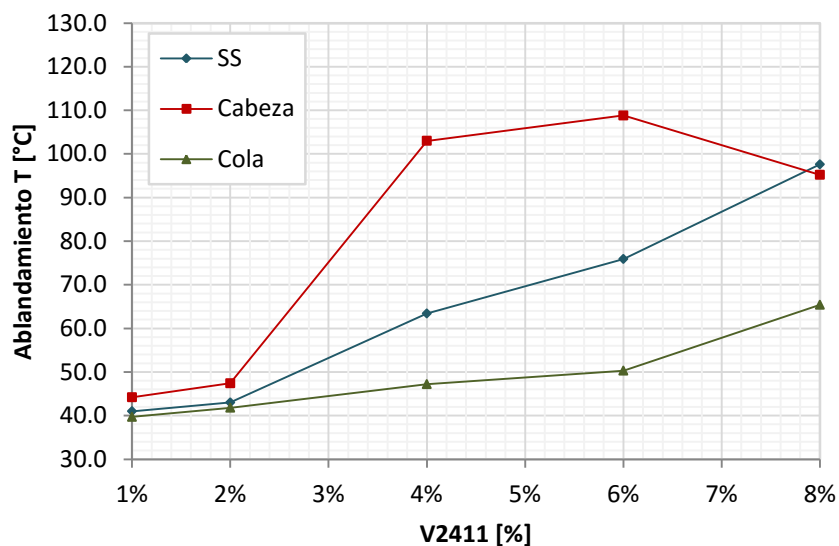


Gráfico 5. Temperatura de ablandamiento en asfalto As10 Modificado

Las muestras de asfalto AC-20 modificado presentaron mayor temperatura de ablandamiento (Ver Gráfico 6), sin embargo, la concentración máxima en la cual se presentó tendencia a la separación fue constante, 2 % de polímero.

Nota 29. En las muestras de la sección de la cabeza con 8 % de polímero, presentaron ruptura por el peso del balón colocado encima del disco de asfalto formado en el anillo, tal y como se muestra en la Figura 2.19. Lo anterior explica el descenso abrupto en los datos de temperatura de ablandamiento para las muestras de As10 M, AC-20 M y As30 M.

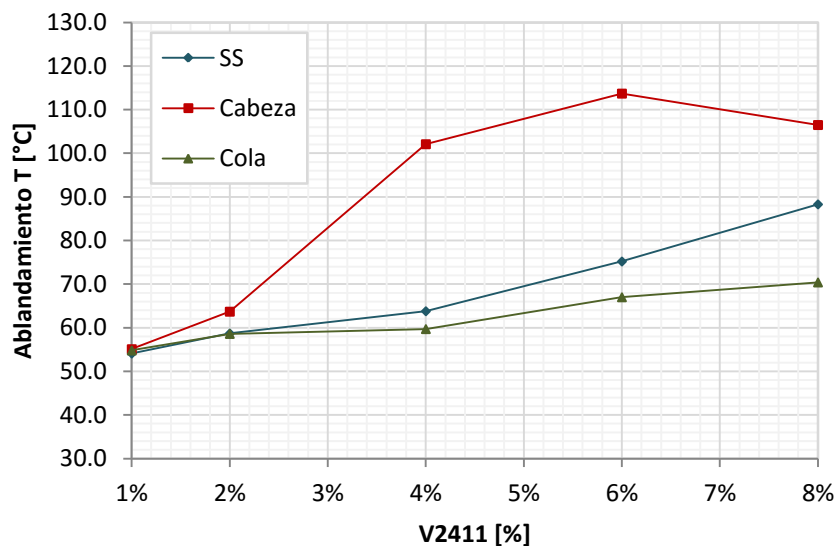


Gráfico 6. Temperatura de ablandamiento en asfalto AC-20 Modificado

Las muestras de asfalto modificado As30 presentaron mayor temperatura de ablandamiento que las de asfalto AC-20 M. Con un comportamiento similar al de las muestras de asfaltos modificados As10 y AC-20. En la sección de la cabeza se obtuvo un comportamiento irregular a partir del 4 % de polímero (Ver Gráfico 7).

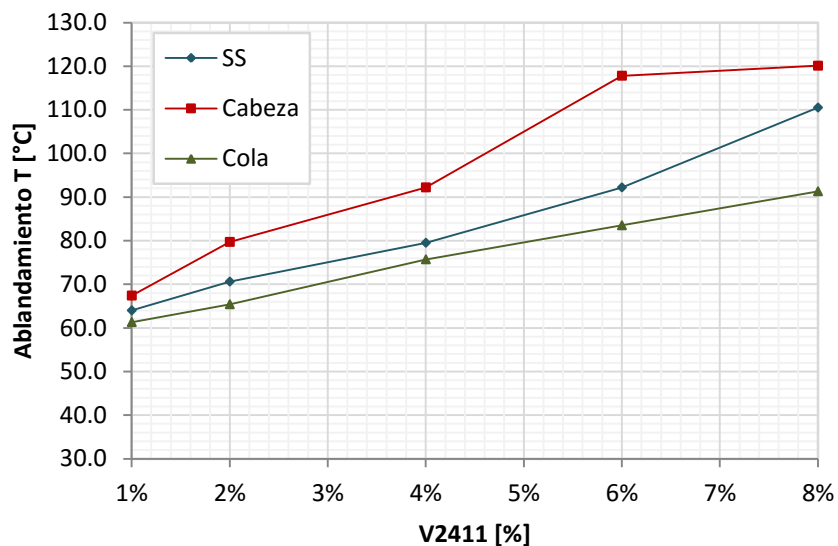


Gráfico 7. Temperatura de ablandamiento en asfalto As30 Modificado

Sin embargo, en todas las muestras de asfalto As30 M hubo segregación, lo cual puede ser indicativo de que conforme aumenta la cantidad de asfaltenos, el polímero tiende a separarse con mayor facilidad.

Comparando los resultados con los obtenidos en la prueba de penetración, se puede decir que el porcentaje máximo de polímero que la mezcla asfalto-polímero puede soportar sin presentar tendencia a la separación es de 2 %, de 2 % a 4 % y 4 % para asfaltos modificados As10, AC-20 y As30, respectivamente. Puntos en los cuales, al exceder estos porcentajes se observa una alta tendencia a la separación y sugiere una inversión de fases o la saturación de la fase continua, la hipótesis anterior no se encuentra dentro del alcance de este proyecto.

3.3 Índice de penetración

El índice de penetración, junto con la susceptibilidad a la penetración, se obtuvieron tal y como se mostró en las ecuaciones Ecuación 1.2 y Ecuación 1.3 para todas las muestras de asfalto modificado, sin embargo, no se tomaron en consideración las muestras de la cabeza cuando se presentó ruptura en el disco de asfalto del anillo para la prueba de temperatura de ablandamiento. Los resultados obtenidos se muestran en las siguientes tablas:

Tabla 3.1. Susceptibilidad a la penetración

| SP | Polím | 1% | | | 2% | | | 4% | | | 6% | | | 8% | | |
|------------------|-------|-------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-------|
| | | Secc | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | | |
| As10 M V2411 | Secc | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | |
| | SP | 0.064 | 0.055 | 0.071 | 0.058 | 0.047 | 0.062 | 0.028 | 0.013 | 0.049 | 0.021 | 0.012 | 0.043 | 0.015 | 0.014 | 0.029 |
| AC-20 M V2411 | Secc | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | |
| | SP | 0.044 | 0.041 | 0.040 | 0.038 | 0.034 | 0.039 | 0.035 | 0.017 | 0.040 | 0.029 | 0.014 | 0.036 | 0.024 | 0.015 | 0.036 |
| As30 M V2411 | Secc | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | |
| | SP | 0.037 | 0.034 | 0.040 | 0.034 | 0.029 | 0.039 | 0.030 | 0.024 | 0.034 | 0.025 | 0.015 | 0.033 | 0.020 | 0.014 | 0.034 |

Tabla 3.2. Índice de penetración

| IP | Polím | 1% | | | 2% | | | 4% | | | 6% | | | 8% | | |
|------------------|-------|------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----|
| | | Secc | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | | |
| As10 M V2411 | Secc | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | |
| | IP | -2.9 | -2.0 | -3.4 | -2.3 | -1.0 | -2.7 | 2.6 | 8.2 | -1.3 | 4.6 | 8.8 | -0.5 | 7.1 | 7.7 | 2.3 |
| AC-20 M V2411 | Secc | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | |
| | IP | -0.6 | -0.2 | 0.0 | 0.3 | 1.0 | 0.2 | 0.9 | 6.4 | 0.0 | 2.3 | 7.6 | 0.6 | 3.5 | 7.3 | 0.6 |
| As30 M V2411 | Secc | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | |
| | IP | 0.4 | 1.0 | 0.0 | 1.1 | 2.3 | 0.2 | 2.0 | 3.7 | 1.2 | 3.2 | 6.9 | 1.4 | 5.0 | 7.5 | 1.1 |

De acuerdo a los resultados obtenidos en la Tabla 3.2 y con los valores límite del índice de penetración de la Tabla 1.2, se observa que el asfalto As10 modificado, en porcentajes de polímero de 1 % a 4 %, es un asfalto rico en resinas y con alta susceptibilidad a la temperatura, con comportamiento viscoso, experimentalmente

se observó que el asfalto As10 M es un asfalto muy blando y con alta penetración, sin embargo, para concentraciones superiores al 2 % es más elástico y con poca susceptibilidad a la temperatura, esto se observó experimentalmente cuando se presentaron altas penetraciones en la sección de la cabeza.

El asfalto modificado AC-20 presenta propiedades intermedias y es ideal para construcción y pavimentación, sin embargo, para concentraciones de polímero superiores al 4 % presenta comportamiento elástico. El asfalto modificado As30 presenta propiedades intermedias de acuerdo a su índice de penetración, de igual forma que el AC-20 M, a partir del 4 % de polímero presenta comportamiento elástico.

El índice de penetración, al estar en función de la temperatura de ablandamiento y la penetración, presenta el mismo comportamiento, el cual nos sugiere que para valores mayores al 2 % de polímero en el As10 M, valores de 2 % a 4 % en el AC-20 M y valores mayores al 4 % en el As30 M, se presenta una alta tendencia a la separación del polímero, y adquiere propiedades elásticas asociadas a la presencia de polímero.

3.4 Microscopía de fluorescencia

Utilizando el lente objetivo 40 X para todas las muestras colocadas en la platina como se mostró con anterioridad (Ver Figura 2.20), se usaron muestras de asfalto sin segregación. Se obtuvieron las siguientes imágenes de microscopía de fluorescencia para concentraciones de polímero de 1 % (a), 4 % (b) y 8 % (c). Debido a los resultados obtenidos en las pruebas de penetración y temperatura de ablandamiento, antes de 2 % no se presentó tendencia a la separación, en 4 % fue el punto inmediato en el cual se observó tendencia a la separación y el 8 % la concentración en la cual se presentó la mayor tendencia a la separación que sugiere una inversión de fases.

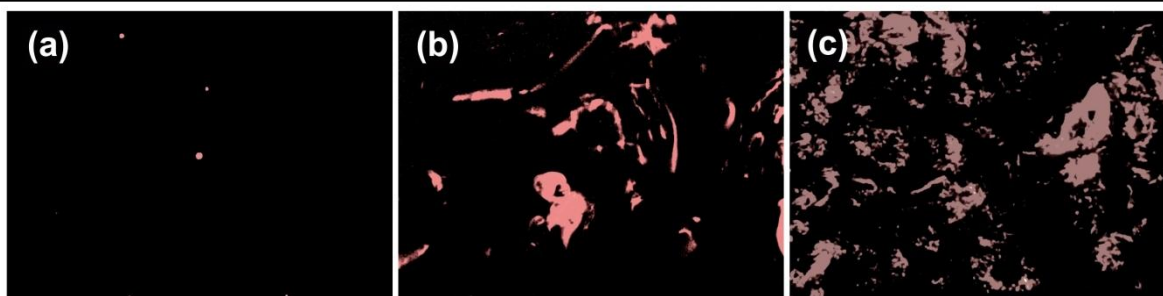


Figura 3.1. Microscopía de fluorescencia en asfalto As10 M

Para asfalto modificado As10, en el primer cuadro (1 %) se observa que la distribución del polímero no resultó ser suficientemente homogénea, se observa un fondo negro; en el cuadro intermedio, (4 %) se aprecia que el polímero no tiene una distribución homogénea y tiende a agruparse, (presenta tendencia a la separación); en el tercer cuadro (8 %) se observa el mismo comportamiento en con mayor recurrencia.

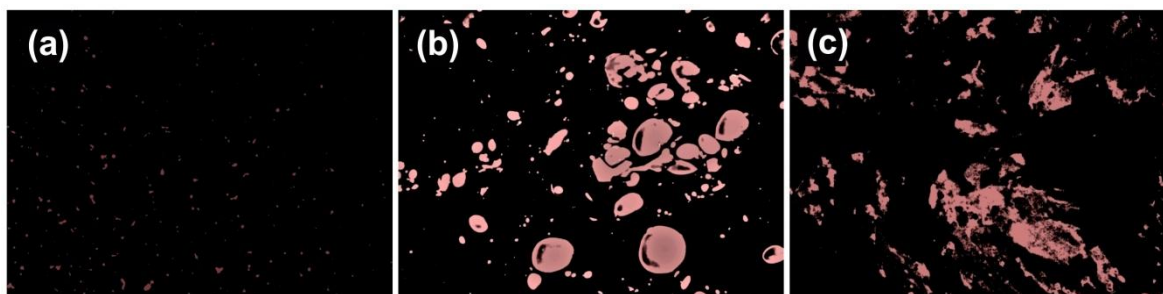


Figura 3.2. Microscopía de fluorescencia en asfalto AC-20 M

En el asfalto modificado AC-20, se observa una distribución homogénea para del polímero para concentraciones de 1 %, sin embargo, para concentraciones de 4 % observamos que el polímero tiende a formar aglomerados, en concentraciones de 8 % se presenta el mismo comportamiento, en las pruebas termomecánicas, estos fueron los puntos donde se presentó mayor tendencia a la separación.

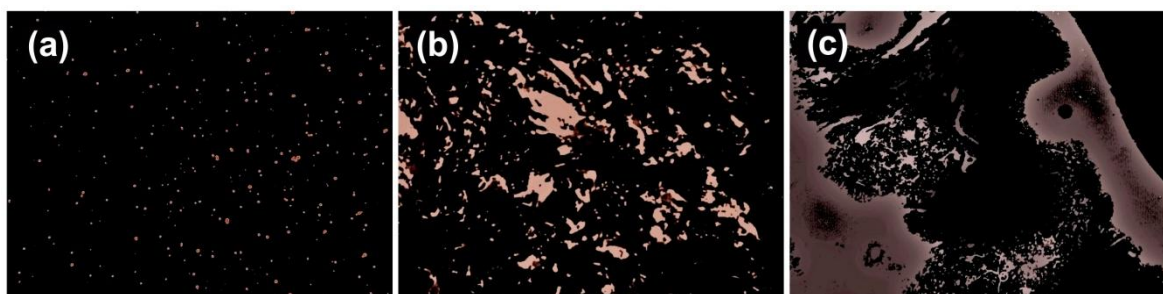


Figura 3.3. Microscopía de fluorescencia en asfalto As10 M

En el asfalto modificado As30, obtuvimos una distribución homogénea para la muestra con 1 %, para la muestra de 4 % comenzaron a formarse aglomerados de polímero, sin embargo, la distribución permaneció más estable que en las muestras de asfalto As10 M y AC-20 M al 4 %, este fenómeno también se observó en las pruebas termomecánicas, hasta este punto donde comenzó a mostrarse mayor segregación. En la muestra de 8 % el polímero comienzan a formar aglomerados grandes e incluso se observa que tiende a rodear al asfalto, con lo cual se refuerza la hipótesis del cambio de fase.

3.5 Cromatografía GPC

Nota 30. Los resultados obtenidos para la caracterización del polímero por cromatografía GPC se pueden observar en el Anexo I. Resultados Experimentales, con ellos se elaboraron los gráficos que se muestran a continuación.

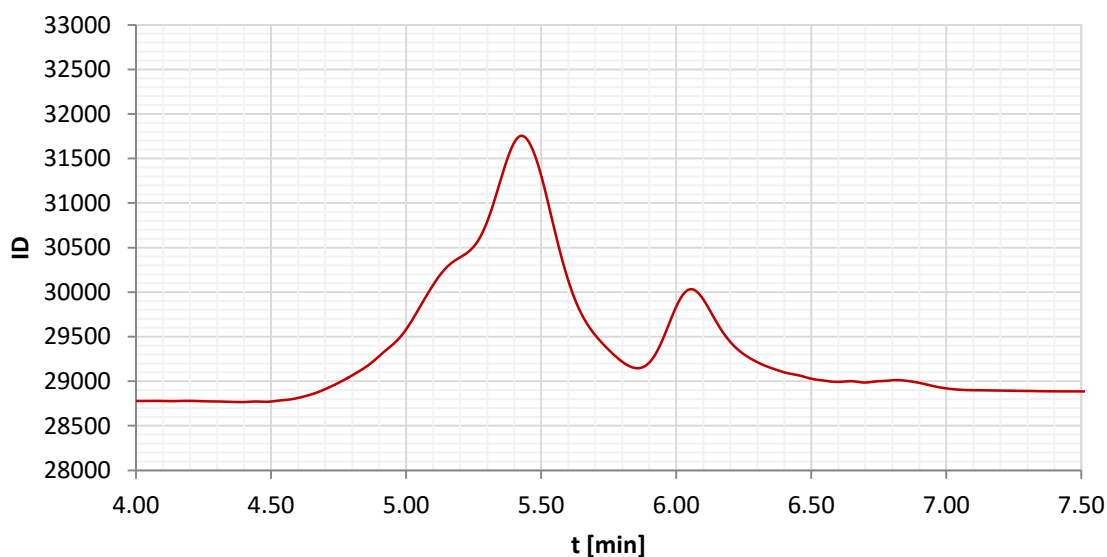


Gráfico 8. Cromatograma

El cromatograma no proporciona las distribuciones de pesos moleculares, no obstante, el índice de difracción nos indica el momento en el que una fracción de polímero ha pasado por el detector, con lo anterior podemos observar que nuestro polímero presenta tres tamaños de molécula principales. El primer pico indica la presencia de dos moléculas con tamaño muy similar, el segundo pico nos indica la presencia de un tercer tamaño de molécula más pequeño debido a que su tiempo de retención es mayor (Ver Gráfico 8).

Los resultados de los pesos moleculares promedio se muestran a continuación:

| | | |
|-------|---------|-------|
| Mn | 249 500 | g/mol |
| Mw | 572 000 | g/mol |
| Mz | 912 200 | g/mol |
| Mv | 572 000 | g/mol |
| I_p | 2.29 | |

El índice de polidispersidad es de 2.29, lo cual nos indica que existe una variación en la distribución de los pesos moleculares. El peso molecular numeral promedio y los pesos moleculares ponderales promedio tienen el mismo orden de magnitud, TSRC-Dexco reporta un alto peso molecular (5), el peso molecular numeral promedio resultó ser de 249 500 g/mol. No obstante, se decidió examinar por separado los dos registros principales del cromatograma, con el fin de tener mayor información sobre la configuración del polímero.

Nota 31. En la ficha técnica se reporta un porcentaje de elongación de 725. Con base 30 % estireno y 12 % copolímero dibloque. (5) (34)

Primer registro

| | | |
|-------|---------|-------|
| Mn | 575 100 | g/mol |
| Mw | 707 700 | g/mol |
| Mz | 909 200 | g/mol |
| Mv | 707 700 | g/mol |
| I_p | 1.23 | |

Segundo registro

| | | |
|-------|---------|-------|
| Mn | 122 700 | g/mol |
| Mw | 129 200 | g/mol |
| Mz | 134 900 | g/mol |
| Mv | 129 200 | g/mol |
| I_p | 1.05 | |

En el índice de polidispersidad para el primer registro, se observa que se tiene la presencia de dos componentes mayoritarios lo cual se ve reflejado en el grado de polidispersidad. En el segundo registro se observa que se tiene un polímero mejor definido, pues su distribución de pesos moleculares varía poco y su índice de polidispersidad es muy cercano a 1.

Graficando distribución de pesos moleculares en función del tiempo de retención, podemos observar cómo varió el tamaño de nuestras muestras desde la primera detección hasta el punto en el cual se registró la última fracción de nuestro polímero.

4 Conclusiones

Con base en los resultados experimentales se puede concluir que el asfalto modificado con polímero Vector V2411 no presenta tendencia a la separación en porcentajes de polímero menores a 2 %, de 2 % a 4 %, y 4 % para asfaltos con porcentajes de asfaltenos de 10 %, 20 % y 30 % respectivamente. Para uso comercial de asfalto modificado con concentraciones de polímero mayores, es necesario agregar un equipo de agitación para evitar la separación de la mezcla asfalto-polímero. Las pruebas de microscopía de fluorescencia mostraron que en condiciones estáticas con calentamiento constante, el polímero se incorpora al asfalto de forma homogénea para concentraciones debajo de las mencionadas y por encima de ellas, las muestras presentan inversión de fases, pues se observan burbujas de asfalto dentro del polímero.

Cuando el polímero se encuentra disperso de forma homogénea, ayuda a incrementar la temperatura de ablandamiento del asfalto y aumenta la resistencia a la penetración, adquiriendo propiedades elásticas por efecto del polímero disperso, lo cual puede ser aplicado en la construcción de pavimentos que requieran absorber grandes impactos como los usados en pistas de aterrizaje.

Para las muestras sin segregación, se observó resistencia a la temperatura y a la penetración de forma proporcional a la concentración de polímero, sin comportamientos anómalos. Lo cual indica, que en estas muestras, se alcanzó una saturación de la fases con polímero, el exceso de polímero tiende a separarse de la mezcla hacia la parte superior por diferencia de densidades, adquiriendo consistencia viscoelástica por el contacto con los maltenos.

Se observó que la distribución de los pesos moleculares en el copolímero Vector V2411 tiene un índice de polidispersidad de 2.29 y que nuestro polímero tiene un peso molecular numeral promedio de 248 500 g/mol. La presencia de los dominios de poliestireno se asocia con las propiedades elásticas observadas en las muestras de asfalto modificado.

Referencias

1. Ruiz Trejo, Rodolfo. *Estudio del comportamiento reológico de mezclas maltenos-copolímeros en bloque de estireno-butadieno con microestructura definida, empleando curvas maestras obtenidas mediante pruebas oscilatorias de pequeña amplitud en flujo cortante simple*. México : UNAM. Facultad de Química. Tesis de Maestría, 2013.
 2. García Guzmán, Gustavo. *Caracterización de asfaltos modificados con copolímeros tipo SB y SBS puros y parcialmente hidrogenados mediante índice de penetración y morfología*. México : UNAM. Facultad de Química. Tesis de Licenciatura, 2008.
 3. ASTM Designation D8. *Standard Terminology Relating to Materials for Roads and Pavements*. Philadelphia, : Annual Book of ASTM Standards, 1991.
 4. Planta de Asfalto. Planta de Asfalto. Distrito Federal. [En línea] <<http://www.plantadeasfalto.df.gob.mx>>.
 5. TSRC-Dexco. *Product Grade Chart*. 2015.
 6. Apérez Herrera, Luis Alberto. *Estudio del comportamiento termo-mecánico de asfaltos modelo modificados con un polímero lineal dibloque del tipo SB*. México : UNAM. Facultad de Química. Tesis de Licenciatura, 2007.
 7. Pfeiffer, P. H. *The properties of asphaltic bitumen*. New York : Elsevier Publishing Company, 1950.
 8. Kirk, Othmer. *Encyclopedia of Chemical Technology*. 4. USA : s.n., 1992. Vol. Vol 3. Asphalt.
 9. Speight, J. G. *The chemistry and technology of petroleum*. 2. New York : Marcel Dekker Inc, 1991.
 10. Coatl Lorenzo, Alejandra. *Estudio de propiedades termomecánicas de mezclas asfalto-hule de llanta*. México : UNAM. Facultad de Química. Tesis de Licenciatura, 2013.
-

11. Lesueur, Didier. *The colloidal structure of bitumen: Consequence on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification*. s.l. : Advances in Colloid and Interface Science, 2009.
 12. Borges, Osvaldo. Los asfaltenos y sus efectos en la producción de petróleo. [En línea] 2015. <<http://www.portaldelpetroleo.com/2013/04/los-asfaltenos-y-sus-efectos-en-la.htm>>l.
 13. Perrisi, Elizabeth. *Rubber to the road-recycled tires becomes asphalt-cover story*. s.l. : Science News, 1992.
 14. ASTM Designation D3279. *Standard Test Method for n-Heptane Insolubles*. Philadelphia : Annual Book of ASTM Standards, 1990.
 15. ASTM Designation D4124. *Standard Test Methods for Separation of Asphalt into Four Fractions*. Philadelphia : Annual Book of ASTM Standards, 1986.
 16. ASTM Designation D5. *Standard Test Method for Penetration of Bituminous Materials*. Philadelphia : Annual Book of ASTM Standards, 1986.
 17. ASTM Designation D36. *Standard Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring-and-Ball Apparatus)*. Philadelphia : Annual Book of ASTM Standards, 1986.
 18. ASTM Designation D3381. *Standard Specification for Viscosity-Graded Asphalt Cement for Use in Pavement Construction*. Philadelphia : Annual Book of ASTM Standards, 2005.
 19. ASTM Designation D7173. *Standard Practice for Determining the Separation Tendency of Polymer from Polymer Modified Asphalt*. Philadelphia : Annual Book of ASTM Standards, 2005.
 20. Roberts, y otros. *Hot Mix Asphalt Materials, Mixture Design, and Construction*. s.l. : National Asphalt Pavement Association Education Foundation, 1996.
 21. Pavement Interactive. Viscosity Grading. [En línea] 2012. <<http://www.pavementinteractive.org/article/viscosity-grading>>.
-

-
22. E-Asphalt. Aditivos. [En línea] 2003. <<http://www.e-asphalt.com/aditivos/aditivos.htm>>.
23. Stevens, Malcolm P. *Polymer chemistry, an Introduction*. New York : Oxford, 1999.
24. Benvenuta Tapia, J. J. *Síntesis de copolímeros modelo de butadieno/estireno con alto contenido de enlaces 1,4-trans vía aniónica viviente usando catalizadores organometálicos*. México : UNAM. Facultad de Química. Tesis de Doctorado en Ingeniería, 2006.
25. Sperling, L. H. *Introduction to physical polymer science*. 4. New Jersey : John Wiley & Sons, Inc, 2006.
26. Areizaga, y otros. *Polímeros*. Madrid : Síntesis, 2002.
27. García Morán, Pedro Raymundo. *Estudio de las propiedades del poliestireno de alto impacto en función del tamaño de bloque del SBS utilizado como modificador*. México : UNAM. Facultad de Química. Tesis de Maestría, 2004.
28. Willey. *Textbook of Polymer Science*. 2. USA : Willey Interscience, 1971.
29. Universidad de Alicante. Cursos Programados. *Formación*. [En línea] 2012. <<http://ssyf.ua.es/es/formacion/documentos/cursos-programados/2011/especifica/microscopia-optica/microscopia-optica-y-laser-confocal-2a-ed/tema-5.pdf>>.
30. Costa, J. M. *Diccionario de Química Física*. España : Díaz Santos Ediciones, 2005.
31. Perry, Robert H. y Green, Don H. *Manual del Ingeniero Químico*. España : McGraw Hill, 2010.
32. E-Asphalt. Propiedades. [En línea] 2012. <<http://www.e-asfalto.com/propiedades/propiedades.htm>>.
-

33. Morrison, Faith A. *Understanding Rheology*. New York : Oxford University Press, 2001.
34. Drobny. *Handbook of Thermoplastic Elastomers*. USA : William Andrew Inc., 2007.
35. Cole-Parmer. *Temperature TE*. s.l. : Equipar, 2007.

Anexo I. Resultados Experimentales
Modificación y Reconstitución

| | As10 M | | | | | | As30 M | | | | |
|-----------------------|--------|-------|------------|-------|-------|-----------------------|--------|-------|------------|-------|-------|
| As [% A] | 9.9 | 9.8 | 9.6 | 9.4 | 9.2 | As [% A] | 29.7 | 29.4 | 28.8 | 28.2 | 27.6 |
| Ma [% M] | 89.1 | 88.2 | 86.4 | 84.6 | 82.8 | Ma [% M] | 69.3 | 68.6 | 67.2 | 65.8 | 64.4 |
| V-2411 [% P] | 1.0 | 2.0 | 4.0 | 6.0 | 8.0 | V-2411 [% P] | 1.0 | 2.0 | 4.0 | 6.0 | 8.0 |
| Total [%] | 100.0 | 100.0 | 100.0 | 100.0 | 100.0 | Total [%] | 100.0 | 100.0 | 100.0 | 100.0 | 100.0 |
| As10 [g] | 148.5 | 147.0 | 69.5 | 57.3 | 138.0 | As30 [g] | 148.5 | 147.0 | 144.0 | 141.0 | 138.0 |
| V-2411 [g] | 1.5 | 3.0 | 2.9 | 3.7 | 12.0 | V-2411 [g] | 1.5 | 3.0 | 6.0 | 9.0 | 12.0 |
| Total [g] | 150.0 | 150.0 | 72.4 | 61.0 | 150.0 | Total [g] | 150.0 | 150.0 | 150.0 | 150.0 | 150.0 |
| V-2411 [g] | 1.5 | 3.0 | 2.9 | 3.7 | 12.0 | V-2411 [g] | 1.5 | 3.0 | 6.0 | 9.0 | 12.0 |
| AC-20 X [g] | 71.3 | 70.6 | 33.4 | 27.5 | 66.3 | AC-20 X [g] | 131.3 | 130.0 | 127.3 | 124.6 | 122.0 |
| Ma Y [g] | 77.2 | 76.4 | 36.1 | 29.8 | 71.7 | As Y [g] | 17.2 | 17.0 | 16.7 | 16.4 | 16.0 |
| Total | 150.0 | 150.0 | 72.4 | 61.0 | 150.0 | Total | 150.0 | 150.0 | 150.0 | 150.0 | 150.0 |
| Objeto | | | [g] | | | Objeto | | | [g] | | |
| Recipiente | 43.0 | 40.1 | 28.0 | 30.0 | 42.5 | Recipiente | 35.2 | 43.5 | 69.7 | 66.9 | 42.0 |
| Recip C/Ma | 120.2 | 116.5 | 64.1 | 59.8 | 114.2 | Recip C/As | 52.4 | 60.5 | 86.4 | 83.3 | 58.0 |
| Recip C/As10 | 191.5 | 187.1 | 97.5 | 87.3 | 180.5 | Recip C/As30 | 183.7 | 190.5 | 213.7 | 207.9 | 180.0 |
| Recip C/As10 M | 193.0 | 190.1 | 100.4 | 91.0 | 192.5 | Recip C/As30 M | 185.2 | 193.5 | 219.7 | 216.9 | 192.0 |

| | AC-20 M | | | | |
|------------------------|---------|-------|------------|-------|-------|
| As [% A] | 20.6 | 20.4 | 20.0 | 19.6 | 19.2 |
| Ma [% M] | 78.4 | 77.6 | 76.0 | 74.4 | 72.8 |
| V-2411 [% P] | 1.0 | 2.0 | 4.0 | 6.0 | 8.0 |
| Total [%] | 100.0 | 100.0 | 100.0 | 100.0 | 100.0 |
| AC-20 [g] | 148.5 | 147.0 | 144.0 | 141.0 | 138.0 |
| V-2411 [g] | 1.5 | 3.0 | 6.0 | 9.0 | 12.0 |
| Total [g] | 150.0 | 150.0 | 150.0 | 150.0 | 150.0 |
| V-2411 [g] | 1.5 | 3.0 | 6.0 | 9.0 | 12.0 |
| AC-20 X [g] | 148.5 | 147.0 | 144.0 | 141.0 | 138.0 |
| As Y [g] | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| Total | 150.0 | 150.0 | 150.0 | 150.0 | 150.0 |
| Objeto | | | [g] | | |
| Recipiente | 64.9 | 67.9 | 68.7 | 65.0 | 69.9 |
| Recip C/As | 64.9 | 67.9 | 68.7 | 65.0 | 69.9 |
| Recip C/AC-20 | 213.4 | 214.9 | 212.7 | 206.0 | 207.9 |
| Recip C/AC-20 M | 214.9 | 217.9 | 218.7 | 215.0 | 219.9 |

Penetración

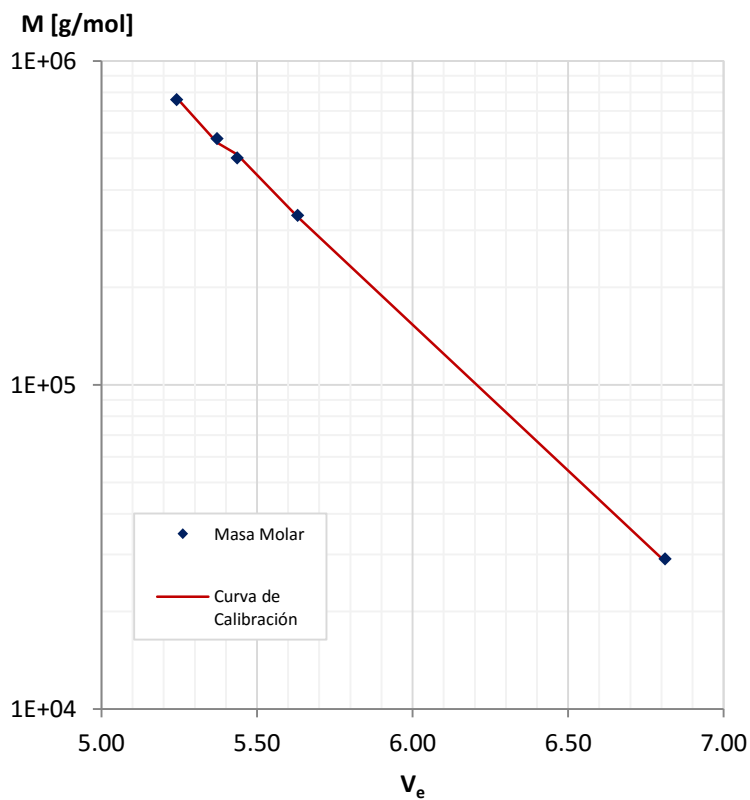
| As10 M V2411 | | 1% | | | 2% | | | 4% | | | 6% | | | 8% | | |
|-----------------------|-----------|-------------|-------------|-----------|-------------|-------------|-----------|-------------|-------------|-----------|-------------|-------------|-----------|-------------|-------------|--|
| Sección | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | |
| 1 [dmm] | 75.0 | 73.0 | 73.0 | 74.0 | 70.0 | 75.0 | 70.0 | 76.0 | 67.0 | 66.0 | 81.0 | 65.0 | 66.0 | 83.0 | 56.0 | |
| 2 [dmm] | 76.0 | 72.0 | 71.0 | 71.0 | 68.0 | 73.0 | 68.0 | 79.0 | 64.0 | 66.0 | 81.0 | 64.0 | 65.0 | 84.0 | 55.0 | |
| 3 [dmm] | 75.0 | 71.0 | 70.0 | 73.0 | 70.0 | 72.0 | 69.0 | 80.0 | 65.0 | 66.0 | 82.0 | 67.0 | 66.0 | 88.0 | 54.0 | |
| 4 [dmm] | 75.0 | 74.0 | 70.0 | 73.0 | 73.0 | 73.0 | 69.0 | 76.0 | 64.0 | 68.0 | 80.0 | 63.0 | 65.0 | 86.0 | 58.0 | |
| 5 [dmm] | 76.0 | 71.0 | 74.0 | 75.0 | 70.0 | 69.0 | 68.0 | 76.0 | 66.0 | 69.0 | 80.0 | 64.0 | 67.0 | 83.0 | 58.0 | |
| 6 [dmm] | 76.0 | 71.0 | 74.0 | 74.0 | 76.0 | 69.0 | 69.0 | 79.0 | 69.0 | 66.0 | 79.0 | 65.0 | 64.0 | 85.0 | 55.0 | |
| 7 [dmm] | 75.0 | 70.0 | 73.0 | 71.0 | 68.0 | 70.0 | 68.0 | 79.0 | 65.0 | 66.0 | 79.0 | 62.0 | 65.0 | 87.0 | 54.0 | |
| 8 [dmm] | 76.0 | 71.0 | 70.0 | 73.0 | 70.0 | 75.0 | 68.0 | 78.0 | 64.0 | 68.0 | 79.0 | 64.0 | 65.0 | 86.0 | 55.0 | |
| 9 [dmm] | 74.0 | 71.0 | 70.0 | 73.0 | 70.0 | 70.0 | 67.0 | 77.0 | 65.0 | 68.0 | 78.0 | 65.0 | 64.0 | 84.0 | 54.0 | |
| 10 [dmm] | 74.0 | 73.0 | 75.0 | 72.0 | 73.0 | 70.0 | 69.0 | 79.0 | 69.0 | 65.0 | 79.0 | 62.0 | 65.0 | 86.0 | 53.0 | |
| Promedio [dmm] | 75.2 | 71.7 | 72.0 | 72.9 | 70.8 | 71.6 | 68.5 | 77.9 | 65.8 | 66.8 | 79.8 | 64.1 | 65.2 | 85.2 | 55.2 | |
| AC-20 M V2411 | | 1% | | | 2% | | | 4% | | | 6% | | | 8% | | |
| Sección | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | |
| 1 [dmm] | 42.0 | 46.0 | 49.0 | 41.0 | 35.0 | 41.0 | 35.0 | 40.0 | 35.0 | 29.0 | 45.0 | 25.0 | 26.0 | 48.0 | 18.0 | |
| 2 [dmm] | 41.0 | 45.0 | 49.0 | 40.0 | 34.0 | 39.0 | 35.0 | 41.0 | 32.0 | 29.0 | 47.0 | 23.0 | 25.0 | 52.0 | 17.0 | |
| 3 [dmm] | 42.0 | 48.0 | 51.0 | 40.0 | 36.0 | 40.0 | 34.0 | 41.0 | 32.0 | 30.0 | 45.0 | 21.0 | 22.0 | 55.0 | 18.0 | |
| 4 [dmm] | 41.0 | 45.0 | 53.0 | 40.0 | 38.0 | 38.0 | 34.0 | 44.0 | 33.0 | 30.0 | 42.0 | 24.0 | 25.0 | 52.0 | 19.0 | |
| 5 [dmm] | 41.0 | 48.0 | 51.0 | 40.0 | 37.0 | 38.0 | 35.0 | 43.0 | 36.0 | 29.0 | 43.0 | 24.0 | 24.0 | 50.0 | 18.0 | |
| 6 [dmm] | 42.0 | 46.0 | 51.0 | 41.0 | 38.0 | 39.0 | 36.0 | 41.0 | 31.0 | 30.0 | 48.0 | 25.0 | 25.0 | 52.0 | 16.0 | |
| 7 [dmm] | 43.0 | 48.0 | 51.0 | 40.0 | 38.0 | 40.0 | 35.0 | 40.0 | 35.0 | 29.0 | 46.0 | 24.0 | 25.0 | 49.0 | 19.0 | |
| 8 [dmm] | 43.0 | 46.0 | 51.0 | 42.0 | 39.0 | 38.0 | 37.0 | 41.0 | 31.0 | 30.0 | 44.0 | 22.0 | 26.0 | 48.0 | 18.0 | |
| 9 [dmm] | 41.0 | 48.0 | 53.0 | 42.0 | 40.0 | 38.0 | 35.0 | 43.0 | 31.0 | 29.0 | 45.0 | 24.0 | 26.0 | 47.0 | 18.0 | |
| 10 [dmm] | 41.0 | 46.0 | 49.0 | 41.0 | 37.0 | 39.0 | 37.0 | 43.0 | 34.0 | 28.0 | 47.0 | 24.0 | 26.0 | 55.0 | 17.0 | |
| Promedio [dmm] | 41.7 | 46.6 | 50.8 | 40.7 | 37.2 | 39.0 | 35.3 | 41.7 | 33.0 | 29.3 | 45.2 | 23.6 | 25.0 | 50.8 | 17.8 | |
| As30 M V2411 | | 1% | | | 2% | | | 4% | | | 6% | | | 8% | | |
| Sección | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | SS | Cabe | Cola | |
| 1 [dmm] | 29.0 | 28.0 | 30.0 | 23.0 | 22.0 | 22.0 | 18.0 | 19.0 | 15.0 | 15.0 | 29.0 | 12.0 | 17.0 | 34.0 | 4.0 | |
| 2 [dmm] | 30.0 | 28.0 | 29.0 | 22.0 | 21.0 | 21.0 | 17.0 | 19.0 | 18.0 | 16.0 | 29.0 | 10.0 | 15.0 | 33.0 | 5.0 | |
| 3 [dmm] | 24.0 | 28.0 | 29.0 | 22.0 | 22.0 | 21.0 | 18.0 | 20.0 | 15.0 | 15.0 | 30.0 | 10.0 | 14.0 | 38.0 | 4.0 | |
| 4 [dmm] | 27.0 | 27.0 | 28.0 | 24.0 | 21.0 | 21.0 | 19.0 | 20.0 | 16.0 | 16.0 | 26.0 | 9.0 | 15.0 | 33.0 | 6.0 | |
| 5 [dmm] | 27.0 | 28.0 | 28.0 | 22.0 | 22.0 | 25.0 | 17.0 | 19.0 | 15.0 | 17.0 | 29.0 | 10.0 | 16.0 | 35.0 | 4.0 | |
| 6 [dmm] | 28.0 | 29.0 | 29.0 | 21.0 | 22.0 | 22.0 | 19.0 | 19.0 | 16.0 | 16.0 | 31.0 | 11.0 | 15.0 | 36.0 | 6.0 | |
| 7 [dmm] | 28.0 | 27.0 | 30.0 | 21.0 | 21.0 | 22.0 | 17.0 | 21.0 | 14.0 | 17.0 | 30.0 | 9.0 | 16.0 | 34.0 | 4.0 | |
| 8 [dmm] | 28.0 | 29.0 | 29.0 | 23.0 | 20.0 | 22.0 | 19.0 | 21.0 | 15.0 | 16.0 | 31.0 | 9.0 | 14.0 | 36.0 | 4.0 | |
| 9 [dmm] | 27.0 | 28.0 | 28.0 | 21.0 | 19.0 | 22.0 | 19.0 | 19.0 | 17.0 | 15.0 | 30.0 | 11.0 | 17.0 | 37.0 | 4.0 | |
| 10 [dmm] | 29.0 | 27.0 | 28.0 | 22.0 | 21.0 | 23.0 | 18.0 | 20.0 | 16.0 | 15.0 | 27.0 | 9.0 | 16.0 | 36.0 | 4.0 | |
| Promedio [dmm] | 27.7 | 27.9 | 28.8 | 22.1 | 21.1 | 22.1 | 18.1 | 19.7 | 15.7 | 15.8 | 29.2 | 10.0 | 15.5 | 35.2 | 4.5 | |

Temperatura de ablandamiento

| Tipo | Polímero | 1% | | | 2% | | | 4% | | | 6% | | | 8% | | | |
|---------|----------|---------|------|-----------|------|-----------|------|-----------|------|-----------|------|-----------|-------|-----------|-------|-------|------|
| | | Sección | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | SS | Cabe Cola | | | |
| As10 M | V2411 | T [°C] | 41.0 | 44.2 | 39.7 | 43.0 | 47.4 | 41.8 | 63.4 | 103.0 | 47.2 | 75.9 | 108.8 | 50.3 | 97.6 | 95.2 | 65.4 |
| AC-20 M | V2411 | T [°C] | 54.1 | 55.1 | 54.8 | 58.7 | 63.7 | 58.6 | 63.8 | 102.1 | 59.7 | 75.2 | 113.7 | 67.0 | 88.3 | 106.5 | 70.4 |
| As30 M | V2411 | T [°C] | 64.0 | 67.4 | 61.3 | 70.6 | 79.7 | 65.4 | 79.5 | 92.2 | 75.7 | 92.2 | 117.8 | 83.5 | 110.5 | 120.1 | 91.3 |

Cromatografía GPC. Curva de Calibración

| Volumen [mL] | Masa Molar | Stat. | Peso Muestra | Pendiente | Desviación [%] |
|--------------|------------|-------|--------------|-----------|----------------|
| 5.24 | 759590 | 1.00 | 770000 | -0.9319 | 2.65E-12 |
| 5.37 | 575930 | 1.00 | 560000 | -0.9224 | 7.55E-11 |
| 5.44 | 502010 | 1.00 | 514000 | -0.9181 | 4.52E-10 |
| 5.63 | 333750 | 1.00 | 330000 | -0.9070 | 9.73E-12 |
| 6.81 | 29065 | 1.00 | 28500 | -0.9102 | 1.33E-14 |



Cromatografía GPC. Datos del cromatógrafo**Distribución. Total**

Sample : M1VECTOR2411
Inject date : Friday 08/29/14 14:54:56
Inject volume : 20.000 µl
Concentration : 1.000 g/l
Project : E:\HPCHEM\1\DATA\290814\29081408.D\rid10
Calibration : JJHKA 270607.CAL
Export file : E:\HPCHEM\1\Vladimir\Default.txt

Operator : Vladimir
Account :

Calibration MH-K : 0.000000 ml/g univ. Calibration MH-K : 0.000000 ml/g
Calibration MH-A : 1.000000 - univ. Calibration MH-A : 0.000000 -
Internal Standard Calibration : 50.000 ml
Internal Standard Acquisition : ----- ml
Data Interval : 0.430 s

Eluent : not defined
Flow : 1.000 ml/min

Column 1 :? Temperature : 23.000 C

Detector 1 : rid1A Delay : 0.000 ml

Baseline from : 4.467 to : 7.120 min
Integration from : 4.467 to : 7.120 min

rid1A
Mn: 2.495E+5 g/mol
Mw: 5.720E+5 g/mol
Mz: 9.122E+5 g/mol
MV: 5.720E+5 g/mol
D: 2.293E+0
[n]: 0.000E+0 ml/g
Vp: 5.429E+0 ml
Mp: 5.099E+5 g/mol
A: 1.856E+3 ml*V
10% : 1.1424e5 g/mol
30% : 3.3528e5 g/mol
50% : 4.9268e5 g/mol
70% : 6.6722e5 g/mol
90% : 1.1217e6 g/mol

Distribución. Primer registro

Sample : M1VECTOR2411
Inject date : Friday 08/29/14 14:54:56
Inject volume : 20.000 µl
Concentration : 1.000 g/l
Project : E:\HPCHEM\1\DATA\290814\29081408.D\rid10
Calibration : JJHKA 270607.CAL
Export file : E:\HPCHEM\1\Vladimir\Default.txt

Operator : Vladimir
Account :

Calibration MH-K : 0.000000 ml/g univ. Calibration MH-K : 0.000000 ml/g
Calibration MH-A : 1.000000 - univ. Calibration MH-A : 0.000000 -
Internal Standard Calibration : 50.000 ml
Internal Standard Acquisition : ----- ml
Data Interval : 0.430 s

Eluent : not defined
Flow : 1.000 ml/min

Column 1 :? Temperature : 23.000 C

Detector 1 : rid1A Delay : 0.000 ml

Baseline from : 4.530 to : 5.852 min
Integration from : 4.530 to : 5.852 min

rid1A
Mn: 5.751E+5 g/mol
Mw: 7.077E+5 g/mol
Mz: 9.092E+5 g/mol
MV: 7.077E+5 g/mol
D: 1.231E+0
[n]: 0.000E+0 ml/g
Vp: 5.429E+0 ml
Mp: 5.099E+5 g/mol
A: 1.219E+3 ml*V
10% : 3.7382e5 g/mol
30% : 4.8125e5 g/mol
50% : 5.8557e5 g/mol
70% : 7.7792e5 g/mol
90% : 1.1965e6 g/mol

Distribución. Segundo registro

Sample : M1VECTOR2411
Inject date : Friday 08/29/14 14:54:56
Inject volume : 20.000 u1
Concentration : 1.000 g/l
Project : E:\HPCHEM\1\DATA\290814\29081408.D\rid10
Calibration : JJHKA 270607.CAL
Export file : E:\HPCHEM\1\Vladimir\Default.txt

Operator : Vladimir
Account :

Calibration MH-K : 0.000000 ml/g univ. Calibration MH-K : 0.000000 ml/g
Calibration MH-A : 1.000000 - univ. Calibration MH-A : 0.000000 -
Internal Standard Calibration : 50.000 ml
Internal Standard Acquisition : ----- ml
Data Interval : 0.430 s

Eluent : not defined
Flow : 1.000 ml/min

Column 1 :? Temperature : 23.000 C

Detector 1 : rid1A Delay : 0.000 ml

Baseline from : 5.860 to : 6.517 min
Integration from : 5.860 to : 6.517 min

rid1A

| | | |
|-------|----------|-------|
| Mn: | 1.227E+5 | g/mol |
| Mw: | 1.292E+5 | g/mol |
| Mz: | 1.349E+5 | g/mol |
| Mv: | 1.292E+5 | g/mol |
| D: | 1.053E+0 | |
| [n]: | 0.000E+0 | ml/g |
| Vp: | 6.055E+0 | ml |
| Mp: | 1.385E+5 | g/mol |
| A: | 2.193E+2 | ml*v |
| 10% : | 9.1908e4 | g/mol |
| 30% : | 1.1614e5 | g/mol |
| 50% : | 1.3083e5 | g/mol |
| 70% : | 1.4445e5 | g/mol |
| 90% : | 1.6317e5 | g/mol |

Anexo II. Normas ASTM

ASTM. Designación: D5-86. Método Estándar para Prueba de Penetración de Materiales Bituminosos¹

Este método estándar es emitido bajo la designación D5: el número inmediato después de la asignación indica el año de la aprobación o, en caso de revisión, el año de la última revisión. El número entre paréntesis indica el año de la última re-aprobación. El superíndice epsilon (ϵ) indica un cambio de editorial desde la última revisión o re-aprobación.

Este método ha sido aprobado para su uso por agencias del *Departamento de Defensa* y para el índice *DoD de Especificaciones y Estándares*.

1. Alcance

1.1. Este método comprende el proceso para la determinación de penetración en materiales bituminosos sólidos y semi-sólidos. Materiales cuya penetración esté debajo de 350 dmm pueden ser caracterizados en equipos estándares de medición bajo el procedimiento experimental descrito a continuación. Para los materiales que presenten penetraciones entre 350 y 500 dmm se usarán equipos especiales o modificaciones al procedimiento, ambas modificaciones se muestran en el apartado 9.3.

1.2. *Este estándar puede involucrar materiales, procedimientos y equipo peligrosos. Este estándar no pretende abordar todos los problemas asociados con su uso; esto es responsabilidad del usuario al establecer las condiciones de seguridad y salud apropiadas a las prácticas, así como determinar la aplicabilidad de las limitaciones regulatorias a priori a su uso.*

2. Documentos de Referencia

2.1. Estándares ASTM:

C670 Estándar de Prácticas y Estatutos de Precisión para la Preparación de Pruebas en Materiales de Construcción².

D2398 Método Estándar para Prueba de Temperatura de Ablandamiento de Betún en Etilenglicol (Anillo-balín)³.

E1 Especificación para Termómetros ASTM⁴.

E77 Método Estándar para la Inspección y Verificación de Termómetros "Líquido en vidrio".

2.2. Estándares ANSI:

B46.1 Textura Superficial.

2.3. Estándares IP:

Estándar para Termómetros IP.

3. Definición

3.1. *Penetración.* Expresado a un material bituminoso, se refiere a la distancia en décimas de milímetro que una aguja estandarizada, en posición vertical, penetra una muestra de material bajo condiciones conocidas de peso, tiempo y temperatura.

4. Resumen del Método

4.1. La muestra es derretida y enfriada bajo condiciones controladas. La penetración es medida con un penetrómetro usando un método que emplea una aguja estandarizada aplicada sobre la muestra bajo condiciones específicas.

5. Importancia y Aplicaciones

5.1. La prueba de penetración es usada como una medida de consistencia. Altos valores de penetración indican una consistencia más suave.

6. Equipo

6.1. *Equipo de penetración.* Cualquier equipo de penetración que permita al soporte del aguja (husillo) moverse verticalmente sin fricción y sea capaz de indicar la profundidad de la penetración con exactitud de 0.1 mm, será apto. El peso del husillo deberá de ser de 47.5 ± 0.05 g. El peso total del aguja y el husillo en conjunto deberá de ser de 50.0 ± 0.05 g. Pesas de 50 ± 0.05 g y 100 ± 0.05 g deberán ser colocadas para las cargas totales de 100 g y 200 g, requeridas para condiciones experimentales especiales. La superficie de cada contenedor de muestras deberá de ser plana y el ángulo comprendido entre el émbolo del husillo deberá ser de 90° aproximadamente. El husillo deberá ser fácilmente desprendido para verificar su peso.

6.2. Aguja de penetración:

6.2.1. El aguja de penetración (Ver Figura 0.1) deberá estar hecha completamente de acero inoxidable regular y temperado, grado 440-C o igual, HRC de 54 a 60. Deberá medir 50 mm (2 in) de largo aproximadamente y de 1 a 1.02 mm (0.0394 a 0.0402 in) de diámetro. Deberá tener geometría cónica en el extremo afilado, conteniendo un ángulo entre 8.7° y 9.7° sobre la longitud cónica. El cono deberá ser coaxial con el cuerpo recto del aguja. La variación axial total de la inserción entre las superficies cónica y recta del aguja no deberá exceder los 0.2 mm (0.008 in). La punta truncada del cono deberá ser de un diámetro entre 0.14 y 0.16 mm (0.0055 y 0.0063 in) y alineado con el eje del aguja en 2° . El borde entero de la superficie truncada deberá estar afilado y libre de asperezas. Cuando la textura de la superficie es medida de acuerdo con el ANS (American National Standard) B46.1 o el equivalente del Reino Unido, la altura superficial promedio de la rugosidad en la parte cónica deberá estar entre 0.2 y 0.3 μm (8 y 12 μin). El aguja deberá estar montada en una férula de latón o acero inoxidable de 40 a 45 mm (1.57 a 1.77 in).

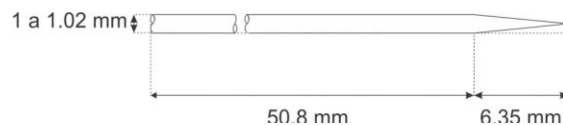


Figura 0.1. Aguja de Penetración

La férula deberá de tener 3.2 ± 0.05 mm (0.12 ± 0.003 in) de diámetro y 38 ± 1 mm (1.5 ± 0.04 in) de longitud. El aguja deberá estar rígidamente montada en la férula. El indicador de lectura de la punta de la aguja y cualquier parte de ésta unida al eje de la férula no deberá exceder 1mm (0.04 in). El peso en conjunto de la férula y el aguja deberá de ser de 2.50 ± 0.05 g (un tornillo al final de la férula o un orificio al costado es indispensable para controlar el peso del aguja). Las marcas de identificación deberán de ser colocadas en la férula para cada aguja. Las mismas no deberán de estar repetidas por el fabricante por un periodo de 3 años.

6.2.2. Las agujas usadas en pruebas de materiales deberán cumplir estos requerimientos conforme a las especificaciones mostradas, probadas previamente por una agencia certificada.

Nota 32. En los Estados Unidos, el fabricante o los laboratorios comerciales certificarán las agujas conforme a las variantes permitidas. En el Reino Unido el Laboratorio Nacional de Física será el encargado de certificar las agujas.

6.3. *Recipiente de la Muestra.* Se deberá usar un cilindro de metal o cristal, con fondo plano de las siguientes dimensiones:

| | |
|---|----|
| Para penetraciones debajo de 200 [dmm]: | |
| Diámetro [mm] | 55 |
| Profundidad interna [mm] | 35 |
| Para penetraciones entre 200 y 350 [dmm]: | |
| Diámetro [mm] | 70 |
| Profundidad interna [mm] | 45 |

Nota 33. En los Estados Unidos, los contenedores conocidos como latas de estaño o recipientes para pomada deberán de tener dimensiones aproximadas a las requeridas. Un contenedor de 3 oz es usado para penetraciones debajo de 200 dmm y un contenedor de 6 oz será usado para penetraciones de 200 a 350 dmm.

6.4. *Baño de Agua.* Un baño con una capacidad mínima de 10 litros y capaz de mantener una temperatura de 25 ± 0.1 °C o cualquier otra temperatura de prueba con una variación no mayor a 0.1 °C. El baño deberá tener un soporte perforado para colocar las muestras en una posición no menor a 50 mm del fondo y no menor a 100 mm bajo la superficie del agua en el baño. Si la prueba de penetración es efectuada en el mismo baño, se necesitará un soporte capaz de resistir la prueba con el penetrómetro. Para pruebas de penetración con temperaturas muy bajas, deberá de usarse una solución de salmuera.

Nota 34. Es recomendable usar agua destilada para el baño. Evitar la contaminación por agentes tensoactivos y otros químicos en el baño de agua; su presencia podría afectar los valores obtenidos.

6.5. *Plato de Transferencia.* Cuando sea necesario, el plato deberá tener una capacidad mínima de 350 mL y una profundidad suficiente para cubrir por completo el recipiente de la muestra. Deberá de contar con un soporte firme capaz de prevenir movimientos. Un soporte de trípode con tres puntos de contacto para el recipiente de la muestra es ideal para garantizar lo anterior.

6.6. *Medidor de Tiempo.* Para penetrómetros manuales cualquier cronómetro eléctrico, un temporizador o cualquier dispositivo de cuerda que pueda medir un intervalo de 60 s con una incertidumbre de ± 0.1 s o menos. Un contador audible ajustado para un pulso cada 0.5 s podrá ser usado. El tiempo para un intervalo de 11 pulsos deberá de ser de 5 ± 0.1 s. Cualquier temporizador automático incorporado al penetrómetro deberá estar calibrado para proporcionar el intervalo deseado con ± 0.1 s de precisión.

6.7. *Termómetros.* Líquido en vidrio calibrados a las condiciones adecuadas con subdivisiones tales para medir con una incertidumbre máxima de 0.1 °C (0.2 °F) o cualquier otro dispositivo termométrico de igual exactitud.

Los termómetros deberán de cumplir los requerimientos de Especificación E1.

6.7.1. Los termómetros adecuados más usados son:

| | |
|-------------|--------------------------|
| Número ASTM | Rango |
| 17 C o 17 F | 19 a 27 °C (66 a 80 °F) |
| 63 C o 63 F | -8 a +32 °C (18 a 89 °F) |
| 64 C o 64 F | 25 a 55 °C (77 a 131 °F) |

6.7.2. El termómetro usado para el baño de agua deberá ser calibrado periódicamente de acuerdo al Método E77.

7. Preparación de la Muestra

7.1. Calentar cuidadosamente la muestra con agitación constante para evitar sobrecalentamiento local hasta convertirla en líquido. Bajo ninguna circunstancia la temperatura debe sobrepasar 60 °C por encima de la temperatura de ablandamiento estimada de acuerdo al Método D2398, o mayores a 90 °C por arriba de la temperatura de ablandamiento del asfalto. No calentar muestras por más de 30 min. Evitar la formación de burbujas dentro de la muestra.

7.2. Verter la muestra en el recipiente hasta la profundidad deseada, cuando se enfríe hasta la temperatura para realizar la prueba, la profundidad de la muestra deberá ser por lo menos 10 mm mayor que la profundidad esperada de penetración del aguja. Verter dos porciones separadas para cada variación en las condiciones experimentales.

7.3. Cubrir contra el polvo cada recipiente (la forma más conveniente de hacerlo es cubrirlo con un vaso de precipitados) y permitir el enfriamiento en una atmosfera a una temperatura entre 15 y 30 °C para 1 ó 1/2 h para el recipiente pequeño y 1 1/2 ó 2 h para el más grande. A continuación colocar las dos muestras con el plato de transferencia, en caso de ser usado, en el baño de agua controlando la temperatura a las condiciones experimentales. Mantener el recipiente más pequeño (3 oz) de 1 a 1 1/2 h y de 1 1/2 a 2 h para el más grande (6 oz).

8. Condiciones Experimentales

8.1. Donde las condiciones experimentales no están especificadas a la temperatura, carga y tiempos indicados de 25 °C (77 °F), 100 g, y 5 s, respectivamente. Otras condiciones pueden ser usadas para experimentos especiales tales como se muestran a continuación:

| Temperatura [°C (°F)] | Carga [g] | Tiempo [s] |
|-----------------------|-----------|------------|
| 0 (32) | 200 | 60 |
| 4 (39.2) | 200 | 60 |
| 46.1 (115) | 50 | 5 |

Estas condiciones deberán de ser reportadas en caso de ser empleadas.

9. Procedimiento

9.1. Examinar el soporte de la aguja y la guía para asegurar la ausencia de agua y otras sustancias ajenas. Limpiar el aguja de penetración con tolueno u otro solvente adecuado, secar con un paño limpio e insertar el aguja en el penetrómetro (Nota 35). A menos que otro procedimiento sea especificado, colocar la pesa de 50 g encima del aguja, asegurando que la carga total sea de 100 ± 0.1 g. Si la prueba es realizada con el penetrómetro en el baño de agua, colocar el recipiente de la muestra directamente en el soporte sumergido del penetrómetro. Mantener el recipiente de la muestra completamente cubierto por el agua del baño. Si la prueba es realizada con el penetrómetro fuera del baño, colocar el recipiente de la muestra en el disco de transferencia, cubrir completamente el recipiente con agua a la temperatura del baño y colocar el disco de transferencia en el recipiente del penetrómetro. Esto se logrará al colocar la punta del aguja en contacto con su propio reflejo en la superficie de la muestra, el lugar deberá de contar con la cantidad de luz adecuada para garantizar lo anterior (Nota 36). Tomar nota de la lectura en el lector o tarar el marcador en cero. Rápidamente liberar el soporte del aguja para el periodo de

tiempo específico y ajustar el instrumento para medir la distancia penetrada en décimas de milímetro. Si el recipiente de la muestra se mueve de su lugar, ignorar el resultado.

Nota 35. Para ciertos tipos de asfaltos, algunas veces serán obtenidos resultados erráticos, cuando esto sucede, lo acostumbrado en el Reino Unido es dar un pre-tratamiento a las agujas, sumergiéndolas un solución al 1 % de ácido oleico por 5 min, posteriormente secar y correr la prueba. Esta práctica no se efectúa en los Estados Unidos.

Nota 36. La colocación del aguja puede ser asistida usando un tubo iluminado de metacrilato de metilo.

9.2. Hacer mínimo tres determinaciones en distintos puntos en la superficie de la muestra, a no menos de 10 mm de la pared del recipiente y separadas entre sí a no menos de 10 mm. Si se usa plato de transferencia, regresar al baño de agua la muestra junto con el plato de transferencia entre cada determinación. Si la penetración es mayor a 200, usar por lo menos tres agujas, hasta completar tres determinaciones en cada una.

Nota 37. Para propósito de medición, las penetraciones a temperaturas distintas a 25 °C (77 °F) deberán ser hechas sin remover la muestra del baño de agua.

9.3. Las agujas, recipientes y otras condiciones descritas en este método están considerados para penetraciones superiores a 350. Sin embargo, el método está previsto para determinaciones directas superiores a 500 utilizando recipientes y agujas especiales. El recipiente deberá tener como mínimo 60 mm de profundidad. El volumen total del material en el recipiente no deberá exceder 125 mL para permitir el control de la temperatura por transferencia de energía.

9.3.1. Las agujas especiales usadas para cada determinación deberá de cumplir con los requerimientos de peso y dimensiones del punto 6.2, exceptuando la longitud mínima expuesta del aguja, la cual deberá de ser de 50 mm.

9.3.2. Una magnitud aproximada de la penetración para materiales con alta penetración puede ser obtenida usando el aguja estándar y un recipiente de 6 oz, pero con una carga de 50 g. La penetración será calculada multiplicando el resultado obtenido de la carga de 50 g por la raíz cuadrada de 2. Esto es:

Penetración de carga menor a 100 g

$$= \text{Penetración con carga menor a 50 g} \times 1.414$$

Tabla 0.1. Criterios de Precisión

| Material | Desviación Estándar o Coeficiente de Variación (IS) o (IS %) | Rango Aceptable para Dos Resultados Experimentales (D2S) o (D2S %) |
|--|--|--|
| Precisión. Operador individual: | | |
| Asfaltos a 77 °F (25 °C), debajo de 50, unidades. | 0.35 | 1 |
| Asfaltos a 77 °F (25 °C), penetración de 50 y superior, porcentaje promedio. | 1.1 | 3 |
| Alquitrán a 77 °F (25 °C) ^A , porcentaje promedio. | 5.2 | 15 |
| Precisión. Operadores múltiples: | | |
| Asfaltos a 77 °F (25 °C), debajo de 50, unidades. | 1.4 | 4 |
| Asfaltos a 77 °F (25 °C), penetración de 50 y superior, porcentaje promedio. | 2.8 | 8 |
| Alquitrán a 77 °F (25 °C) ^A , unidades. | 1.4 | 4 |

^A Los estimados de precisión para alquitranes están basados en resultados para dos muestras con penetración de 7 y 24. Los estimados no deben ser aplicados para materiales más duros o más suaves.

El reporte de los resultados obtenidos con este procedimiento deberá indicar el fundamento de esta prueba.

10. Reporte

10.1. El reporte más cercano en unidades de penetración [dmm], deberá ser el promedio de tres penetraciones cuyos valores no difieran más allá de los siguientes valores:

| Penetración | 0 a 49 | 50 a 149 | 150 a 249 | 250 |
|---|--------|----------|-----------|-----|
| Diferencia máxima entre la determinación más alta y la más bajo | 2 | 4 | 6 | 8 |

10.1.1 Si las diferencias exceden estos valores, repetir la prueba usando una segunda muestra.

10.1.2. Si la tolerancia máxima es excedida nuevamente, ignorar los resultados y repetir el experimento en su totalidad.

11. Precisión y Consideraciones (Nota 38)

11.1. El criterio para calificar la confiabilidad de los resultados de penetración obtenidos a partir de este método son dados en la Tabla 0.1. Los valores dados en la Columna 2 de la Tabla 0.1 son las variaciones estándar o los coeficientes de variación más apropiados que han sido encontrados para los materiales y las condiciones de experimentales descritas en la Columna 1. Los valores dados en la Columna 3 son los límites que no deberían de exceder las diferencias entre los resultados de pruebas que se comporten de acuerdo a lo esperado. El rango entre dos resultados aceptables para una operación individual indica que es necesario repetir la prueba. El rango para una operación múltiple indica que es necesario repetir la prueba. Un resultado es el promedio entre las determinaciones aceptables descritas en la Sección 10.

Nota 38. Por definición de términos y significancia de los parámetros de referencia indicados, deberán ser hechos de acuerdo al Estándar de Prácticas C670.

1 Este método está bajo la jurisdicción del Comité ASTM D-4 de Materiales de Rodamiento Vehicular y es responsabilidad directa del Subcomité D04.44 en Pruebas Reológicas.

La actual edición fue aprobada en Abril 25, 1986. Publicada en Mayo, 1986. Originalmente publicada como D5-59T. Última edición previa D5-83.

2 "Libro Anual de Estándares ASTM". Volumen 04.03.

3 Descontinuado. Ver 1984 "Libro Anual de Estándares ASTM". Volumen 04.04.

4 "Libro Anual de Estándares ASTM". Volumen 14.03.

ASTM (American Society for Testing and Materials) no se hace responsable respecto a la validez de cualquier derecho de patente asociado con cualquier artículo mencionado en este estándar. Los usuarios de este estándar quedan bajo aviso y bajo su propia responsabilidad por la determinación de la validez de cualquier derecho de patente, y el riesgo de infringir dichos derechos.

Este estándar está sujeto a revisión en cualquier momento bajo responsabilidad del comité técnico y deberá de ser revisado cada cinco años, en caso de no ser revisado deberá de ser re-aprobado o retirado. Los comentarios para la revisión de este estándar deberán ser enviados a la Oficina Central de ASTM. Dichos comentarios serán tomados en consideración cuidadosamente por el comité técnico. En caso de que usted considere que sus comentarios no fueron tomados en cuenta, deberá hacer sus observaciones al Comité de Estándares ASTM, 1916 Race Street, Philadelphia, CP 19103.

ASTM. Designación: D8-91. Terminología Estándar Relacionada a Materiales de Rodamiento Vehicular y Pavimento⁵

Este método estándar es emitido bajo la designación D8; el número inmediato después de la asignación indica el año de la aprobación o, en caso de revisión, el año de la última revisión. El número entre paréntesis indica el año de la última re-aprobación. El superíndice épsilon (ϵ) indica un cambio de editorial desde la última revisión o re-aprobación.

MATERIALES BITUMUNOSOS*Relacionado en General a Materiales Bituminosos.*

anionic emulsion [emulsión aniónica]: un tipo de emulsión tal que el agente emulsificante establece el predominio de cargas negativas en la fase discontinua.

bitumen [betún]: sustancia cementante negra o de color oscuro (sólida, semisólida, o viscosa), natural o fabricada, compuesta principalmente por hidrocarburos de alto peso molecular, de los cuales, los asfaltos, alquitranes, breas y asfaltitas son comunes.

bituminous [bituminoso], *adj.*: que contiene o ha sido tratado con betún (bituminizado). Ejemplos: concreto bituminoso, fieltro bituminoso, pavimento.

bituminous emulsion [emulsión bituminosa]: (1) suspensión de glóbulos diminutos de material bituminoso en agua o en solución acuosa, (2) suspensión de glóbulos diminutos de agua o de solución acuosa en un líquido bituminoso.

cationic emulsion [emulsión catiónica]: tipo de emulsión tal que el agente emulsificante establece el predominio de cargas positivas en la fase discontinua.

cut-back asphalt [asfalto reducido mezclado]: residuo del petróleo (asfalto reducido) que ha sido combinado con destilados del petróleo.

DISCUSIÓN: Los materiales de curado lento se producen directamente mediante destilación y algunas veces son nombrados como aceites de rodamiento.

cut-back products [productos reducidos mezclados]: residuos de petróleo o alquitrán que han sido combinados con destilados.

flux: material bituminoso, generalmente líquido, usado para el ablandamiento de otros materiales bituminosos.

Relacionado Específicamente a Petróleo o Asfaltos

asphalt [asfalto]: sustancia cementante negra o de color oscuro constituida principalmente por betún natural o que ha sido obtenido de la refinación del petróleo.

asphalt cement [cemento asfáltico]: asfalto que puede haber sido tratado o no con flux, especialmente preparado en calidad y consistencia para ser usado en la fabricación de pavimentos bituminosos, y que tiene una penetración a 25 °C (77 °F) entre 5 y 300, bajo una carga aplicada de 100 g durante 5 s.

asphaltenes [asfaltenos]: la fracción de hidrocarburos de alto peso molecular precipitados del asfalto por un solvente nafta-parafínico en una proporción específica de asfalto-solvente.

DISCUSIÓN: La fracción de asfaltenos deberá ser identificada por el solvente y la proporción asfalto-solvente usada.

asphalt rock (rock asphalt) [roca asfáltica]: formación natural de roca, usualmente hecha de limo o arena, impregnada en toda su masa con una menor cantidad de betún.

asphalt-rubber [goma asfáltica]: mezcla de cemento asfáltico, hule de llanta y aditivos, cuya composición de hule es por lo menos de 15 % peso del total de la mezcla y que ha reaccionado en cemento asfáltico caliente lo suficiente para provocar la dilatación de las partículas de hule.

naphthene-aromatics [naftenos aromáticos]: mezcla de hidrocarburos nafténicos y aromáticos que han sido adsorbidos desde un solvente parafínico en un adsorbente durante una filtración y después son desorbidos con un solvente aromático como el tolueno.

DISCUSIÓN: La fracción de naftenos aromáticos deberá ser identificada por el solvente, la proporción de asfalto-solvente y el adsorbente medio.

native asphalt [asfalto nativo]: asfalto formado de forma natural.

polar-aromatics [aromáticos polares]: fracción de hidrocarburos aromáticos que es adsorbida en un adsorbente medio de un solvente parafínico durante una filtración y después es desorbida con un solvente hidrocarburo clorado como el tricloroetileno.

DISCUSIÓN: la fracción de aromáticos polares debe ser identificada por el solvente, la proporción asfalto-solvente y el adsorbente medio.

reclaimed asphalt pavement (RAP) [pavimento asfáltico reconstituido]: pavimento asfáltico o mezcla de pavimento removida de su ubicación original para su uso en mezclas de pavimento asfáltico reciclado.

recycled asphalt paving mixture [mezcla asfáltica de pavimento]: mezcla o pavimento asfáltico reconstituido por la adición, en caso de ser requerida, de cemento asfáltico, asfalto emulsificado, asfalto reducido, agente de reciclaje, agregado mineral y relleno mineral.

recycling agent (RA) [agente de reciclaje]: mezcla de hidrocarburos con o sin menor cantidad de otros materiales que son usados para alterar o mejorar las propiedades del asfalto usado en una mezcla asfáltica de pavimento.

saturates [saturados]: mezcla de hidrocarburos nafténicos y parafínicos que por filtración en un solvente parafínico no son adsorbidos en el medio adsorbente. Otros componentes tales como los aromáticos polares y los nafténicos son absorbidos permitiendo de este modo la separación de la fracción saturada.

DISCUSIÓN: La fracción de compuestos saturados deberá ser identificada por el solvente, la proporción asfalto-solvente y el adsorbente medio.

Relacionado Específicamente a Alquitranes y Breas

coal tar [alquitrán de hulla]: sustancia cementante negra o de color oscuro producida por la destilación destructiva de hulla bituminosa.

coke-oven tar [alquitrán de coque]: alquitrán de hulla producido en hornos de coque en la fabricación de coque a partir de hulla bituminosa.

"free-carbon" in tars [carbón libre de alquitranes]: fracción de hidrocarburos precipitada del alquitrán por su disolución en disulfuro de carbono o benceno.

gas-house coal tar [alquitrán de hulla de casa de gas]: alquitrán de hulla producido en retortas de casas de gas en la fabricación de gas para iluminación a partir de hulla bituminosa.

oil-gas tars [alquitrán de gasóleos]: alquitrán producido por craqueo de vapores de aceites a altas temperaturas en la fabricación de gasóleo.

pitches [breas]: sustancias cementantes de color negro o café oscuro que tienden a derretirse gradualmente conforme son calentadas y que son obtenidas como residuos de la evaporación parcial o destilación fraccionada del alquitrán.

refined tar [alquitrán refinado]: alquitrán liberado del agua por evaporación o destilación, la cual continúa hasta que el residuo tiene la consistencia deseada; producto creado a partir del mezclado de alquitrán con flux producto del destilado de alquitrán.

straight-run pitch [brea "straight run"]: brea mezclada (corrida) con flux hasta la consistencia deseada en el proceso inicial de destilación sin el mezclado subsecuente.

tar [alquitrán]: sustancia bituminosa de color café o negro, de consistencia líquida o semisólida, en la cual los componentes principales son betunes obtenidos como condensados de la destilación destructiva del carbón, petróleo, esquistos bituminosos, madera u otros materiales orgánicos, y que producen cantidades sustanciales de brea cuando son destilados.

Relacionado Específicamente a Pruebas

normal temperature [temperatura normal]: temperatura aplicada a pruebas de laboratorio para propiedades físicas de sustancias bituminosas, 25 °C (77 °F).

penetration [penetración]: se refiere a la consistencia de las sustancias bituminosas y se expresa como la distancia en décimas de milímetro (0.1 mm) en las que una aguja estándar penetra en posición vertical una muestra de material bajo condiciones específicas de carga, tiempo y temperatura.

Relacionado Específicamente a Plantas de Mezclado de Betún

aggregate storage bins [recipientes de almacenamiento de agregados]: recipientes que almacenan las cantidades necesarias de agregados y alimenten al secador sustancialmente en las mismas proporciones como sean requeridas en la mezcla final.

automatic cycling control [control automático de ciclos]: sistema de control automático en el cual se abre y cierra la compuerta de descarga de la tolva de pesaje, la válvula de descarga de betún y la compuerta del el mezclador pugmill que actúan por mecanismo automático o maquinaria eléctrica sin necesidad de un control manual intermedio. El sistema incluye dispositivos temporizadores para controlar los periodos deseados de secado y mezclado.

automatic dryer control [control automático de secado]: sistema en el cual se mantiene, de forma automática, la temperatura de los agregados descargados del secador en el rango establecido de temperatura.

automatic proportioning control [control automático de adición]: sistema en el cual se adicionan las fracciones bituminosas que son controladas por medio de compuertas y válvulas que actúan

por mecanismos automáticos o por maquinaria eléctrica sin necesidad de in control manual intermedio.

batch plant [planta lote]: instalación para la producción de mezclas de pavimentos bituminosos que adiciona los materiales agregados a la mezcla, actúa por lotes y agrega material bituminoso ya sea por volumen o peso.

continuous mix plant [planta de mezclado continuo]: instalación para la producción de mezclas de pavimentos bituminosos que adiciona los materiales agregados y bituminosos a la mezcla a través de un sistema de adición volumétrico continuo sin la necesidad de intervalos de lote.

delivery tolerances [tolerancias de entrega]: variaciones permisibles de las proporciones exactas de agregado y material bituminoso tal y como se entregan al mezclador pugmill.

digital recorder [grabadora digital]: instrumento que imprime el peso del material o materiales en forma digital en forma de cinta o ticket.

drum mix plant [planta de mezclado en batería]: instalación para la producción de mezclas de pavimentos bituminosos que continuamente adiciona agregados, los calienta y seca en una batería rotatoria y simultáneamente los mezcla con una cantidad controlada de material bituminoso. La misma planta puede producir mezclas de hulla con pavimento bituminoso sin calentamiento y secado de agregados.

dry mixing period [periodo de mezclado y secado]: intervalo de tiempo entre el inicio de la carga de agregados secos en el mezclador pugmill y el inicio de la aplicación de material bituminoso.

dryer [secador]: aparato que deberá secar los agregados y calentarlos a las temperaturas especificadas.

graphic recorder [grabadora gráfica]: instrumento que traza una línea o líneas simultáneamente en una gráfica con una escala indicada o las mediciones de los materiales que son pesados.

hot aggregate storage bins [recipientes de almacenamiento de agregados calientes]: recipientes que almacenan los agregados calientes y separados a priori a su adición al mezclador.

manual cycling control [control manual de ciclos]: sistema de control en el cual se abre y cierra la compuerta de la tolva de pesaje, la válvula de descarga de betún y la compuerta de descarga del mezclador pugmill por medio de controles manuales, con o sin la asistencia de dispositivos de bloqueo por tiempo, los cuales previenen de una apertura prematura de las compuertas.

manual proportioning control [control manual de adición]: sistema de control en el cual se adicionan las fracciones de agregados y material bituminoso controladas por medio de compuertas y válvulas que son abiertas y cerradas en forma manual. El sistema puede o no tener dispositivos de trabajo para la asistencia en el funcionamiento de la compuerta y la válvula de apertura y cerrado.

plant screens [cortinas de planta]: colocadas entre el secador y los recipientes de almacenamiento calientes que separan los agregados calientes en los recipientes de almacenamiento apropiados.

proportioning tolerance interlock [bloqueo de adición de tolerancia]: dispositivo que detiene el ciclo de adición cuando la cantidad de un componente varía fuera del rango establecido.

pugmill [mezclador pugmill]: dispositivo que mezcla los componentes separados de agregado caliente y material bituminoso en un concreto bituminoso homogéneo listo para ser descargado en un vehículo de entrega.

recording device [dispositivo de grabación]: dispositivo que emite un registro, el cual es incuestionable, legible y permanente.

time locking device [dispositivo de bloqueo de tiempo]: sistema de bloqueo automático que detiene la compuerta del cuadro de pesado después de que el mezclador está cargado; bloqueando el material bituminoso a lo largo del ciclo de secado y mezclado; y bloqueando el mezclador a lo largo de los ciclos de secado y mezclado húmedo.

weigh box [cuadro de pesado]: es una caja o tolva en las plantas de pesaje por lotes que está conectada a las básculas, las cuales pesan cada fracción de agregados antes de descargarlas dentro del pugmill.

wet mixing period [periodo de mezclado húmedo]: intervalo de tiempo entre el inicio de la adición de materiales bituminosos y la apertura de la compuerta del mezclador.

MEZCLAS BETÚN-AGREGADO

Relacionado en General a las Combinaciones de Materiales Bituminosos y Agregados para ser Mezcladas, Esparcidas en el Lugar de Trabajo y Compactadas.

maintenance mix [mezcla de mantenimiento]: Mezcla de material bituminoso y agregado aplicado a temperatura ambiente para uso en parcheo de agujeros, depresiones, áreas erosionadas en pavimentos existentes, usando mano de obra o métodos mecánicos para colocar y compactar correctamente la mezcla. Estas mezclas deberán estar diseñadas para su uso inmediato o para uso fuera de almacenamiento después de haber concluido el periodo de proceso.

mixed-in-place (road mix) [mezclado en sitio]: superficie bituminosa o capa de base producida al mezclar agregado mineral y asfalto reducido, emulsión bituminosa o alquitrán en el lugar de trabajo por medio de plantas móviles, motoniveladoras, aplanadoras o equipo de mezclado en carretera. Agregados abiertos o de alta densidad, arena o suelos arenosos deberán ser usados.

plant mix, cold-laid [mezcla de planta, aplicación en sitio frío]: mezcla de asfalto reducido, emulsión bituminosa o alquitrán, y agregado mineral preparado en la planta central de mezclado y esparcida en el sitio de trabajo cuando la mezcla se encuentra cerca de la temperatura ambiente.

plant mix, hot-laid bituminous emulsion mixtures [mezcla de planta, mezclas de emulsión bituminosa aplicada en sitio caliente]: mezcla de emulsión y agregado mineral caliente, usualmente preparado en una planta de asfalto convencional o en un mezclador de batería y esparcido y compactado en el sitio de trabajo por encima de la temperatura ambiente.

slurry seal [lodo asfáltico]: aplicación de mezcla fluida de emulsión bituminosa, de agregados finos, relleno mineral y agua a pavimento existente. Deberá aplicarse una o más veces.

tar concrete, cold-laid [contrato alquitranoso, aplicación en sitio frío]: mezcla de planta que contiene alquitrán de viscosidad media, agregado mineral graduado, diseñada para ser colocada, ya sea poco después de haber sido mezclada o cuando la mezcla no se encuentre cercana a la temperatura ambiente.

tar concrete, hot laid [concreto alquitranoso, aplicación caliente]: mezcla de planta que contiene alquitrán de alta viscosidad y agregado mineral graduado de alta densidad, diseñada para ser colocada a una alta temperatura de mezclado.

BETÚN-APLICACIONES DEL AGREGADO

Relacionado en General a la Aplicación de Material Bituminoso en Agregado Preparado o Superficies de Pavimento que han sido Cubiertas con Agregado Mineral

penetration macadam [penetración macadam]: capa de pavimento que contiene, esencialmente un sólo tamaño de agregado, penetrado en el lugar por una carga pesada de material bituminoso, seguida de la aplicación de un agregado de menor tamaño y compactado. Se deben aplicar múltiples capas de agregado pequeño.

surface treatment [tratamiento de superficie]: aplicación de material bituminoso seguido de una capa de agregado mineral. Se deben aplicar múltiples capas de agregado.

APLICACIONES DEL BETÚN

Relacionado en General a los Usos de Materiales Bituminosos Esparcidos sin el Uso de Agregados

crack filler [relleno de grietas]: material bituminoso usado para llenar y sellar las grietas existentes en el pavimento.

dust binder [aglutinante de polvo]: aplicación ligera de material bituminoso con el propósito de colocar y unir el polvo suelto.

fog seal [sellador de neblina]: aplicación ligera de material bituminoso sobre pavimento existente como sellador para inhibir el agrietamiento, sellar la superficie o ambos. Se suelen usar emulsiones bituminosas de colocado bajo o medio y se diluyen en agua.

mulch treatment [tratamiento de cubiertas]: aplicación esparcida de material bituminoso usado para estabilizar temporalmente un área cubierta de semillas o material orgánico. El material bituminoso puede ser aplicado en el suelo o a la cubierta orgánica también como método de amarre.

prime coat [capa principal]: aplicación de material bituminoso de baja viscosidad sobre una superficie absorbente, diseñada para penetrar, unir y estabilizar una superficie existente y para promover la adhesión entre ella y el curso de construcción siguiente.

tack coat (bond coat) [capa de unión]: aplicación de material bituminoso sobre una superficie existente relativamente no absorbente para proporcionar una unión entre la vieja y la nueva superficie.

MATERIALES NO BITUMINOSOS

Relacionado en General a Materiales No Bituminosos

aggregate [agregado]: material granular mineral cuya composición es arena, grava, concha o roca triturada, usado como cementante medio para formar morteros o concreto, o junto como capa de base, balastos de ferrocarril, etc.

crusher-run [grava]: producto total de la trituración de la piedra.

dense-graded aggregate [agregado de alta densidad]: agregado cuya distribución de tamaño de partícula es compacta, los huecos entre las partículas de agregado, expresados como porcentaje del total del espacio ocupado por el material, son relativamente pequeños.

fractured face [cara fracturada]: superficie angular, rugosa o rota de una partícula de agregado creada por trituración de forma artificial o natural.

macadam, dry-bound and water-bound [fijado seco y fijado húmedo macadam]: capa de pavimento con agregado de un sólo tamaño fijas por la aplicación proyecciones de arena; se coloca agua para fijar el material y fijarlo en húmedo por el método macadam. Se deben aplicar múltiples capas.

open-graded aggregate [agregado abierto]: agregado cuya distribución de tamaño de partícula es compacta, los huecos entre las partículas de agregado, expresados como porcentaje del total del espacio ocupado por el material, son relativamente grandes.

rubble [escombro]: rocas rugosas de tamaños y formas irregulares, creadas a partir de la ruptura de grandes rocas, ya sea de forma natural o artificial, por acción geológica, en canteras o en triturado de roca o producto de explosiones.

screenings [proyecciones]: producto residual resultante de la trituración de la roca, peña, guijarro, grava, escoria de alto horno o cemento hidráulico, los cuales han pasado por la cortina en la operación de triturado y posteriormente pasaron por el tamiz de separación No. 8.

soil aggregate [agregado de suelos]: mezclas naturales o preparadas que hechas principalmente de roca, grava o arena, y que contienen una cantidad significativa de material compuesto por arcilla-limo No. 200 (0.075 mm).

stone chips [lascas]: pequeños fragmentos angulares de piedra sin la presencia de polvo.

Relacionado Específicamente a Materiales

bank gravel [banco de grava]: grava encontrada en depósitos naturales, usualmente en forma de material fino, casi como arena o arcilla o combinaciones de esta; grava arcillosa, grava arenosa, arcilla gravosa, arena gravosa indicadores de las proporciones de los materiales en la mezcla.

blast-furnace slag [escoria de alto horno]: producto no metálico, constituido esencialmente de silicatos y aluminosilicatos de limo y otras bases, combinados con hierro en un alto horno.

clinker [escoria de hulla]: subproducto de la combustión del carbón, fusionado parcial o totalmente con lava, cemento, escoria vitrificada parcialmente y ladrillo.

Relacionado Específicamente a Pruebas

mesh [malla]: apertura cuadrada de un tamiz.

screen [cortina]: aparato de laboratorio, con apertura circular y una malla para separar el material en distintos tamaños.

sieve [tamiz]: aparato de laboratorio, con apertura cuadrada y una malla para separar el material en distintos tamaños.

5 Esta terminología está bajo la jurisdicción del Comité ASTM D-4 de Materiales de Construcción para Techado, Impermeabilización y Materiales Bituminosos, y es responsabilidad directa del Subcomité D04.91 en Editorial y Definiciones.

La actual edición fue aprobada en Febrero 19, 1991. Publicada en Abril, 1991. Originalmente publicada como D8-12. Última edición previa D8-89.

Este estándar está sujeto a revisión en cualquier momento bajo responsabilidad del comité técnico y deberá de ser revisado cada cinco años, en caso de no ser revisado deberá de ser rea-probado o retirado. Los comentarios para la revisión de este estándar deberán ser enviados a la Oficina Central de ASTM. Dichos comentarios serán tomados en consideración cuidadosamente por el comité técnico. En caso de que usted considere que sus comentarios no fueron tomados en cuenta, deberá hacer sus observaciones al Comité de Estándares ASTM, 1916 Race Street, Philadelphia, CP 19103.

ASTM. Designación: D36-86. (Re-aprobado 1989). Método Estándar para Prueba de Temperatura de Ablandamiento de Materiales Bituminosos (Dispositivo Anillo-Balín)⁶

Este método estándar es emitido bajo la designación D36: el número inmediato después de la asignación indica el año de la aprobación o, en caso de revisión, el año de la última revisión. El número entre paréntesis indica el año de la última re-aprobación. El superíndice epsilon (ϵ) indica un cambio de editorial desde la última revisión o re-aprobación.

Nota. La fórmula en 10.4 fue corregida por la editorial en Febrero 10, 1986.

1. Alcance

1.1. Este método comprende la determinación de la temperatura de ablandamiento del betún en un rango de 30 a 157 °C (86 a 315 °F), usando el dispositivo de anillo-balín sumergido en agua destilada (30 a 80 °C), glicerina USP (*United States Pharmacopeia*) (por arriba de 80 °C hasta 157 °C), o etilenglicol (30 a 110 °C).

1.2. Los valores establecidos en unidades SI son considerados como el estándar.

1.3. *Este estándar puede involucrar materiales, procedimientos y equipo peligrosos. Este estándar no pretende abordar todos los problemas asociados con su uso; esto es responsabilidad del usuario al establecer las condiciones de seguridad y salud apropiadas a las prácticas, así como determinar la aplicabilidad de las limitaciones regulatorias a priori a su uso.*

2. Documentos de Referencia**2.1. Estándares ASTM:**

C670 Estándar de Prácticas y Estatutos de Precisión para la Preparación de Pruebas en Materiales de Construcción⁷.

D92 Método Estándar para Temperaturas de Ignición e Inflamación por el Método Cleveland Open-Cup⁸.

D140 Estándar de Prácticas para el Muestreo de Materiales Bituminosos⁹.

E1 Especificación para Termómetros ASTM¹⁰.

3. Resumen del Método

3.1. Dos discos de betún en posición horizontal, fundidos en anillos de latón, son calentados a velocidad constante in un baño de líquido mientras cada uno soporta un balín de acero. La temperatura de ablandamiento es registrada como el promedio de las temperaturas a las cuales los dos discos se suavizan lo suficiente para permitir a cada balín sumergirse in el betún hasta caer una distancia de 25 mm (1 in).

4. Importancia y Aplicaciones

4.1. Los betunes son materiales viscoelásticos sin un punto de fusión fijo; estos se ablandecen gradualmente y disminuyen su viscosidad a medida que la temperatura aumenta. Por este motivo deben ser determinadas dichas temperaturas de ablandamiento, por un método arbitrario y estrechamente definido si los resultados han de ser reproducidos.

4.2. La temperatura de ablandamiento es muy útil para la clasificación de betunes, como un elemento importante en el establecimiento de estándares de transporte, fuente y suministro, como un indicativo de la tendencia a fluir del material a las elevadas temperaturas encontradas en el servicio.

5. Equipo

5.1. *Anillos*. Dos anillos de latón con las dimensiones mostradas en la Figura 0.2 (a).

5.2. *Placa para Verter*. Una placa de latón plana y lisa aproximadamente de 50 por 75 mm (2 por 3 in).

5.3. *Balines*. Dos balines de acero, 9.5 mm (3/8 in) de diámetro, cada uno con una masa de 3.50 ± 0.05 g.

5.4. *Anillo Centrador Guía*. Dos anillos centradores de latón para centrar los balines de acero, uno para cada anillo, con la forma y las dimensiones mostradas en la Figura 0.2 (b).

5.5. *Baño*. Un vaso de cristal, capaz de ser calentado, no menor a 85 mm de diámetro interior y no menor a 120 mm de profundidad desde el fondo a la superficie del líquido.

Nota 39. En vaso de precipitados tipo Griffin de 800 mL, de cristal resistente al calentamiento cumple con estos requerimientos.

5.6. *Soporte de los Anillos y Montado*. Un soporte de latón diseñado para colocar los dos anillos en posición horizontal, de acuerdo a la forma y dimensiones mostradas en la Figura 0.2 (c), colocados y montados como se muestra en la Figura 0.2. (d) Montaje del Equipo Mostrando Dos Anillos. El fondo de los anillos deberá estar a 25 mm (1 in) por encima de la superficie superior del fondo del plato, y la superficie inferior del mismo plato deberá estar a 16 ± 3 mm ($5/8 \pm 1/8$ in) del fondo del baño.

5.7 Termómetros:

5.7.1. Un Termómetro ASTM para Bajas Temperaturas de Ablandamiento, cuyo rango es de -2 a $+80$ °C (30 a 180 °F), conforme a los requerimientos del Termómetro 15C ó 15F de la Especificación E1.

5.7.2. Un Termómetro ASTM para Altas Temperaturas de Ablandamiento, cuyo rango es de 30 a 200 °C (85 a 392 °F), conforme a los requerimientos del Termómetro 16C ó 16 F de la Especificación E1.

5.7.3. Un Termómetro ASTM para Temperatura de Ablandamiento de Materiales Bituminosos, cuyo rango es de -1 a $+175$ °C (30 a 350 °F), conforme a los requerimientos del Termómetro 113C ó 113F de la Especificación E1.

5.7.4. El termómetro apropiado deberá estar montado como se muestra en la Figura 0.2. (d) por lo tanto el fondo del bulbo estará al nivel del fondo de los anillos y a 13 mm (0.5 in) entre ellos, sin tocar el soporte del anillo.

6. Reactivos y Materiales

6.1. Líquidos para Baño:

6.1.1. Agua Destilada Recién Hervida.

Nota 40. Es esencial usar agua destilada recién hervida para evitar la captura de burbujas de aire en la superficie de la muestra que puedan afectar los resultados.

6.1.2. Glicerina USP (United States Pharmacopeia), o

Nota 41. PRECAUCIÓN: La glicerina tiene un punto de inflamación de 160 °C (320 °F) de acuerdo al Método D92.

6.1.3. Etilenglicol, cuyo punto de ebullición está entre 195 y 197 °C (383 y 387 °F).

Nota 42. PRECAUCIÓN: El etilenglicol es tóxico al ser ingerido o al ser inhalado en su forma de vapor. Evitar el contacto con la piel y la inhalación de vapores. Su punto de inflamación es de 115 °C (239 °F) de acuerdo al Método D92. En caso de usar este baño líquido, efectuar la prueba en una campana de laboratorio ventilada con una capacidad de escape que asegure la remoción de los vapores tóxicos.

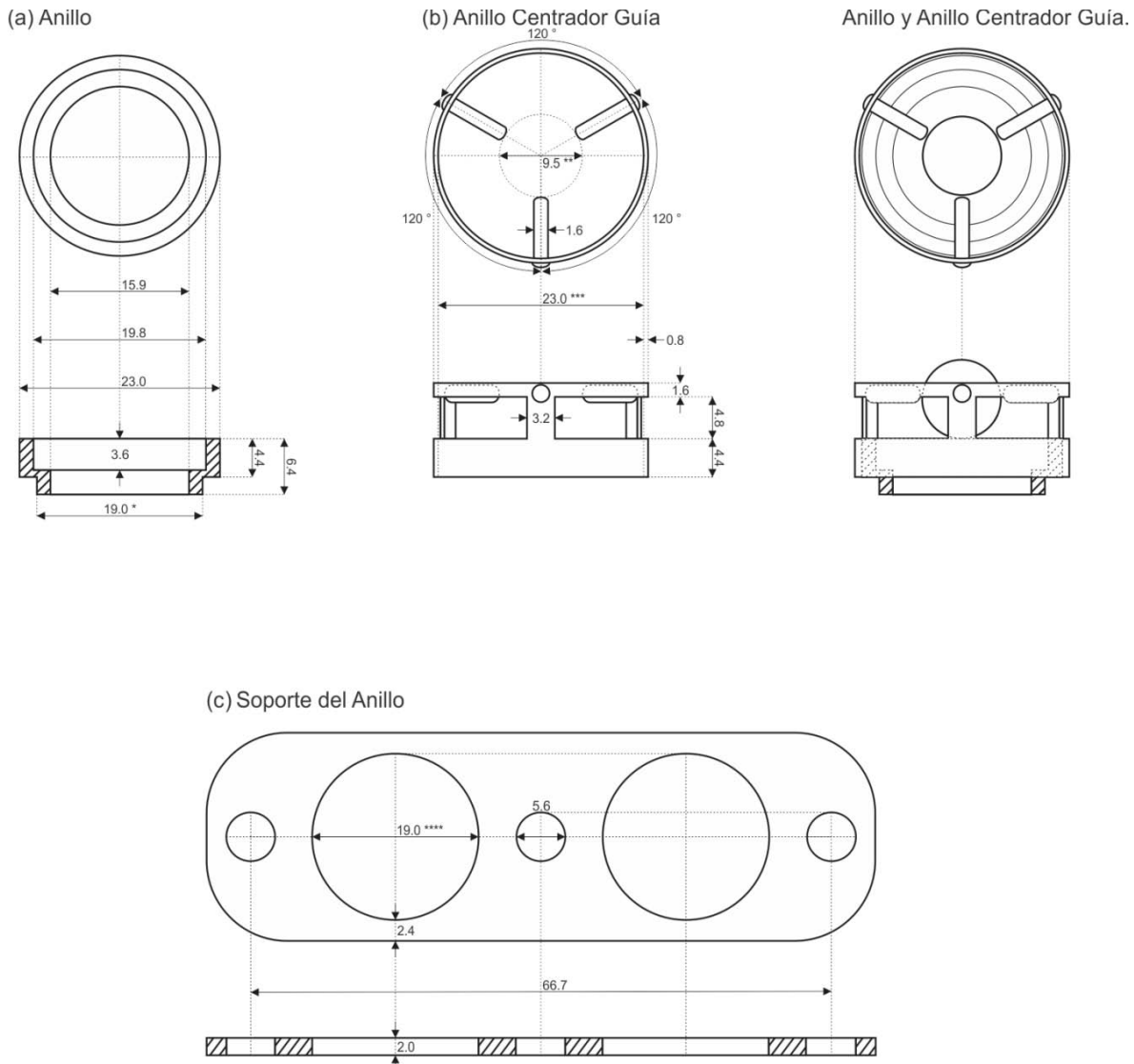


Figura 0.2. (a) Anillo, (b) Anillo Centrador Guía y (c) Soporte del Anillo

Nota. Todas las dimensiones están en milímetros.

* El interior del anillo debe de estar redondeado en las aristas interiores.

** Este diámetro debe ser 0.05 mm más grande que el diámetro del balín para permitir su fácil colocación.

*** Este diámetro debe medir completamente 23.0 mm para permitir deslizar el anillo interno.

**** Este diámetro debe medir completamente 19.0 mm para permitir el deslizamiento de los anillos.

6.2. Agentes de Remoción:

6.2.1. Para prevenir la adhesión de betún a la placa para verter cuando se derriten los discos, la superficie de la placa deberá estar previamente cubierta con grasa de silicón, grasa (Nota 43), una mezcla de glicerina y dextrina, talco o caolín.

Nota 43. PRECAUCIÓN: Aislar las siliconas de los equipos para pruebas de muestras para evitar la contaminación de estos, usar guantes de látex desechables siempre que se manipule las siliconas o aparatos cubiertos con ellas. La

contaminación por siliconas puede producir resultados erróneos en otras pruebas experimentales como penetración y punto de inflamación.

7. Muestreo

7.1. Tomar una muestra del material de acuerdo al Estándar de Prácticas D140.

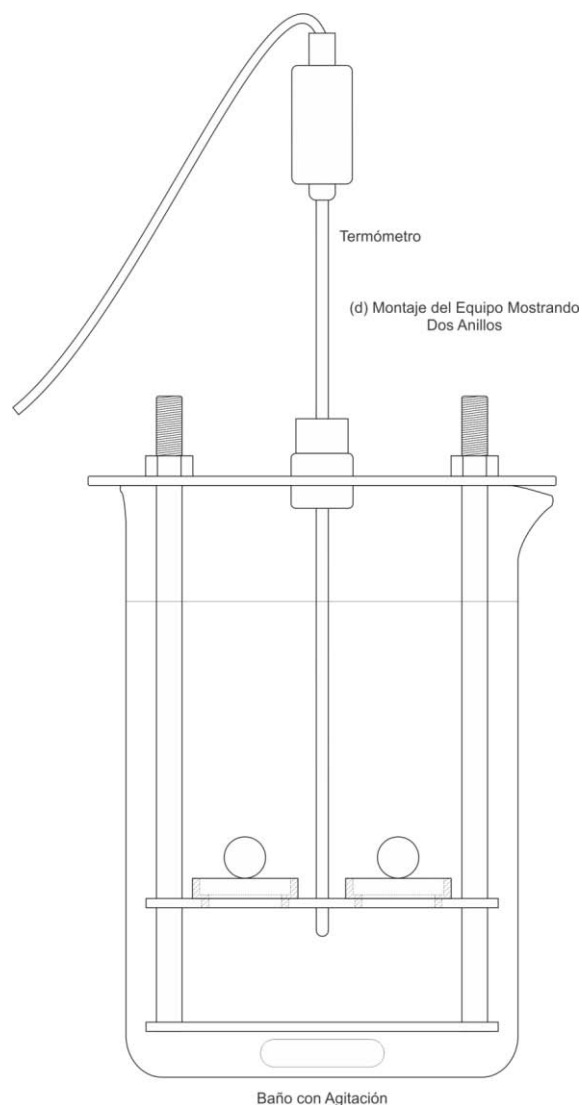


Figura 0.2. (d) Montaje del Equipo Mostrando Dos Anillos

8. Especímenes de Prueba

8.1. No comenzar la prueba a menos que se haya contemplado el tiempo completo desde la preparación de las muestras de asfalto y sus pruebas con un tiempo de 6 h entre cada etapa, y con un tiempo de 4 1/2 h para especímenes de alquitrán. Calentar cuidadosamente la muestra de betún con agitación constante para evitar el sobrecalentamiento local hasta que se torne lo suficientemente fluida para ser vertida (Nota 44). Agitar cuidadosamente para evitar la incorporación de burbujas de aire en la muestra.

Nota 44. Una parrilla eléctrica que brinde un calentamiento mínimo por unidad de área de 37 kW/m^2 será satisfactoria para este propósito.

8.1.1. Calentar la muestra de asfalto por no más de 2 h hasta alcanzar la temperatura para verterla; en ningún caso ésta deberá de ser mayor a $110 \text{ }^\circ\text{C}$ ($200 \text{ }^\circ\text{F}$) por encima de la temperatura de ablandamiento esperada para el asfalto.

8.1.2. Calentar la muestra de alquitrán por no más de 30 min hasta alcanzar la temperatura para verterla; en ningún caso ésta deberá ser mayor a $55 \text{ }^\circ\text{C}$ ($100 \text{ }^\circ\text{F}$) por encima de la temperatura de ablandamiento esperada para el alquitrán.

8.1.3. Si es necesario repetir la prueba, no recalentar la muestra; usar un recipiente limpio para preparar nuevas muestras.

8.2. Calentar los dos anillos de bronce (pero no la placa para verter) hasta la temperatura a la que se vierte la muestra, colocarlos en la placa para verter con alguno de los agentes de remoción.

8.3. Verter un ligero exceso de betún caliente dentro de cada anillo y permitir el enfriamiento de las muestras con aire del ambiente durante 30 min como mínimo. Para materiales cuya temperatura de ablandamiento sea menor a la temperatura del laboratorio, enfriar las muestras durante 30 min como mínimo usando aire a $10 \text{ }^\circ\text{C}$ ($18 \text{ }^\circ\text{F}$) por debajo de la temperatura de ablandamiento esperada. Durante el tiempo en que los discos de la muestra sean vertidos, no deberán de transcurrir más de 240 min antes de que la prueba sea completada.

8.4. Cuando las muestras se hayan enfriado, cortar el exceso de betún con un cuchillo caliente o una espátula de tal modo que cada disco esté nivelado con la parte superior de cada anillo.

9. Procedimiento

9.1. Seleccionar el baño líquido y termómetro apropiado para la temperatura de ablandamiento esperada.

9.1.1. Agua destilada recién hervida para temperaturas de ablandamiento entre 30 y $80 \text{ }^\circ\text{C}$ (86 y $176 \text{ }^\circ\text{F}$); usar el Termómetro 15C ó 15F o el Termómetro 113C ó 113F. La temperatura inicial del baño deberá ser de $5 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ($41 \pm 2 \text{ }^\circ\text{F}$).

9.1.2. Glicerina USP (United States Pharmacopeia) para temperaturas de ablandamiento superiores a $80 \text{ }^\circ\text{C}$ ($176 \text{ }^\circ\text{F}$) hasta $157 \text{ }^\circ\text{C}$ ($315 \text{ }^\circ\text{F}$); usar el Termómetro 16C ó 16F o el Termómetro 113C ó 113F. La temperatura inicial del baño deberá de ser de $30 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ($86 \pm 2 \text{ }^\circ\text{F}$).

9.1.3. Etilenglicol para temperaturas de ablandamiento entre 30 y $110 \text{ }^\circ\text{C}$ (86 y $230 \text{ }^\circ\text{F}$); usar el Termómetro 113C ó 113F. La temperatura inicial del baño deberá de ser de $5 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ($41 \pm 2 \text{ }^\circ\text{F}$).

Nota 45. Para propósitos de mediación, todas las temperaturas de ablandamiento hasta $80 \text{ }^\circ\text{C}$ ($176 \text{ }^\circ\text{F}$) deberán ser determinadas en baño de agua y todas las temperaturas de ablandamiento por encima de $80 \text{ }^\circ\text{C}$ ($176 \text{ }^\circ\text{F}$) deberán ser determinadas en baño de glicerina.

9.2. Montar el equipo en la campana de laboratorio con los anillos con muestra, los anillos centradores guía y el termómetro en posición, llenar el baño hasta que la profundidad sea de $105 \pm 3 \text{ mm}$ ($4 \frac{1}{8} \pm \frac{1}{8} \text{ in}$) con el equipo en posición. Si se usa etilenglicol, asegurarse de que el ventilador de escape esté encendido y funcione correctamente para remover los vapores tóxicos.

Usando pinzas, colocar los dos balines en el fondo del baño para garantizar que tengan la misma temperatura inicial del resto del equipo.

9.3. Colocar el baño en hielo, si es necesario, calentar levemente para conseguir la temperatura adecuada para iniciar el baño de temperatura por 15 min con el equipo en posición. Teniendo precaución de no contaminar el líquido de baño.

9.4. Usar de nuevo las pinzas para tomar los balines del fondo del baño hasta colocarlos en cada anillo centrador guía.

9.5. Calentar el baño desde la parte inferior de tal forma que la temperatura indicada por el termómetro se incremente a rapidez constante de $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($9\text{ }^{\circ}\text{F}$)/min (Nota 46). Proteger el baño de corrientes de aire, usando aislantes si es necesario. No promediar la rapidez de calentamiento durante el periodo de la prueba. La variación máxima permisible para cada minuto después de los primeros 3 min deberá de ser de $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\pm 1.0\text{ }^{\circ}\text{F}$). Rechazar cualquier prueba en donde la rapidez de calentamiento no cumpla esté dentro de estos límites.

Nota 46. El apego estricto a la rapidez de calentamiento descrita es esencial para la correcta reproducción de los resultados. Ya sea a un quemador a gas o a un calentador eléctrico el usado, se debe dejar un calentamiento bajo para mantener la rapidez de calentamiento descrita.

9.6. Registrar para cada anillo y balín la temperatura indicada por el termómetro en el instante en que el betún que rodee el balín toque el fondo del plato. No hacer ninguna corrección para los resultados obtenidos por el termómetro. Si la diferencia entre las dos temperaturas excede $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($2\text{ }^{\circ}\text{F}$), repetir el experimento.

10. Cálculo

10.1. Para una muestra de betún dada, la temperatura de ablandamiento determinada en baño de agua será menor que la determinada un baño de glicerina. Por lo tanto la determinación de la temperatura de ablandamiento es forzosamente arbitraria, ésta diferencia es importante sólo para temperaturas de ablandamiento ligeramente superiores a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($176\text{ }^{\circ}\text{F}$).

10.2. El cambio de agua a glicerina para temperaturas mayores a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ crea una discontinuidad, se sabe que la menor temperatura de ablandamiento de asfalto posible reportada en glicerina es de $84.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($184\text{ }^{\circ}\text{F}$), y la menor temperatura de ablandamiento posible reportada en alquitrán es de $82.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($180\text{ }^{\circ}\text{F}$). Las temperaturas de ablandamiento en glicerina menores que éstas traducidas a temperaturas de ablandamiento en agua a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($176\text{ }^{\circ}\text{F}$), o menores, deberán ser reportadas.

10.2.1. La corrección para asfalto es $-4.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($-7.6\text{ }^{\circ}\text{F}$), y para alquitrán es de $-1.7\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($-3.0\text{ }^{\circ}\text{F}$). Para propósitos de mediación, repetir el experimento en baño de agua.

10.2.2. En cualquier circunstancia, si el promedio de dos temperaturas determinadas en glicerina es de $80.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($176.0\text{ }^{\circ}\text{F}$) o menor para asfalto, o $77.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($171.5\text{ }^{\circ}\text{F}$) o menor para alquitrán, repetir el experimento en baño de agua.

10.3. Para convertir las temperaturas de ablandamiento ligeramente superiores a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($176\text{ }^{\circ}\text{F}$) determinadas en agua a éstas determinadas en glicerina, la corrección para asfalto es de $+4.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($+7.6\text{ }^{\circ}\text{F}$) y para alquitrán es de $+1.7\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($+3.0\text{ }^{\circ}\text{F}$). Para propósitos de mediación, repetir el experimento en baño de glicerina.

10.3.1 En cualquier circunstancia, si el promedio de dos temperaturas determinadas en agua es de 85.0 °C (185.0 °F) o mayor, repetir la prueba en baño de glicerina.

10.4. Los resultados obtenidos usando baño de etilenglicol deberán variar de éstos mismos usando agua y glicerina por cantidades calculadas de las siguientes fórmulas:

Asfalto:

TA (glicerina) = 1.026583 X TA (etilenglicol) - 1.334968 °C

TA (agua) = 0.974118 X TA (etilenglicol) - 1.44459 °C

Alquitrán:

TA (glicerina) = 1.044795 X TA (etilenglicol) - 5.063574 °C

*TA (agua) = 1.061111 X TA (etilenglicol) - 8.413488 °C

*Corrección de la editorial.

11. Reporte

11.1. Cuando se use el Termómetro ASTM 15 C ó 15F, reportar el promedio más cercano a 0.2 °C ó 0.5 °F o el promedio corregido de las temperaturas registradas en el punto 9.6, como temperatura de ablandamiento.

11.2. Cuando se use el Termómetro ASTM 16C ó 16F, o el Termómetro ASTM 113C ó 113F, reportar el promedio más cercano a 0.5 °C ó 1.0 °F o el promedio corregido de las temperaturas registradas en el punto 9.6, como temperatura de ablandamiento.

11.3. Reportar el baño líquido usado en el experimento.

12. Precisión

12.1. Con agua destilada o glicerina USP, se usará el siguiente criterio para calificar la confiabilidad de los resultados (95 % de probabilidad):

12.1.1. *Precisión. Operador Individual.* La desviación estándar para una operación individual será encontrada hasta ser 0.41 °C (0.73 °F). Por lo tanto, los resultados de dos experimentos realizados correctamente por un mismo operador a una misma muestra de betún, no deberán diferir por más de 1.2 °C (2.0 °F).¹¹

12.1.2. *Precisión. Operadores Múltiples.* La desviación estándar para una operación múltiple será encontrada hasta ser 0.70 °C (1.26 °F). Por lo tanto, los resultados de dos experimentos correctamente realizados a una misma muestra de betún por dos laboratorios, no deberán diferir por más de 2.0 °C (3.5 °F).¹¹

12.2. Con etilenglicol, se usará el siguiente criterio para calificar la confiabilidad de los resultados:

12.2.1. *Precisión. Operador Individual.* La desviación estándar para una operación individual será encontrada hasta ser 0.72 °C (1.29 °F). Por lo tanto, los resultados de dos experimentos correctamente realizados por un mismo operador a una misma muestra de betún, no deberán diferir por más de 2.0 °C (3.5 °F).¹¹

12.2.2. *Precisión. Operadores Múltiples.* La desviación estándar para una operación múltiple será encontrada hasta ser 1.08 °C (1.95 °F). Por lo tanto, los resultados de dos experimentos

correctamente realizados a una misma muestra de betún por dos laboratorios, no deberán diferir por más de 3.0 °C (5.5 °F).¹¹

6 Este método está bajo la jurisdicción del Comité ASTM D-8 de Materiales de Construcción para Techado, Impermeabilización y Materiales Bituminosos, y es responsabilidad directa del Subcomité D08.03 en Superficies y Materiales Bituminosos para Membranas de Impermeabilización y Techado de Edificaciones.

La actual edición fue aprobada en Febrero 10, 1986. Publicada en Abril, 1986. Originalmente publicada como D36-62T. Última edición previa D36-84.

7 "Libro Anual de Estándares ASTM". Volúmenes 04.01, 04.02, 04.04 y 04.08.

8 "Libro Anual de Estándares ASTM". Volúmenes 04.04, 05.01 y 10.03.

9 "Libro Anual de Estándares ASTM". Volúmenes 04.03, 04.04 y 04.08.

10 "Libro Anual de Estándares ASTM". Volúmenes 05.03 y 14.01.

11 Estos números representan, respectivamente, los límites (1S) y (D2S) descritos en el Estándar de Prácticas C670.

ASTM (American Society for Testing and Materials) no se hace responsable respecto a la validez de cualquier derecho de patente asociado con cualquier artículo mencionado en este estándar. Los usuarios de este estándar quedan bajo aviso y bajo su propia responsabilidad por la determinación de la validez de cualquier derecho de patente, y el riesgo de infringir dichos derechos.

Este estándar está sujeto a revisión en cualquier momento bajo responsabilidad del comité técnico y deberá de ser revisado cada cinco años, en caso de no ser revisado deberá de ser rea-probado o retirado. Los comentarios para la revisión de este estándar deberán ser enviados a la Oficina Central de ASTM. Dichos comentarios serán tomados en consideración cuidadosamente por el comité técnico. En caso de que usted considere que sus comentarios no fueron tomados en cuenta, deberá hacer sus observaciones al Comité de Estándares ASTM, 1916 Race Street, Philadelphia, CP 19103.

ASTM. Designación: D3381-05. Especificación Estándar para Grados de Viscosidad de Cemento Asfáltico para Uso en Construcción de Pavimentos¹²

Este método estándar es emitido bajo la designación D3381: el número inmediato después de la asignación indica el año de la aprobación o, en caso de revisión, el año de la última revisión. El número entre paréntesis indica el año de la última re-aprobación. El superíndice epsilon (ϵ) indica un cambio de editorial desde la última revisión o re-aprobación.

Este estándar ha sido aprobado para uso de agencias del Departamento de Defensa.

1. Alcance

1.1. Esta especificación cubre grados de viscosidad para asfaltos cementantes a 140 °F (60 °C) para uso en construcción de pavimentos. Existen tres conjuntos de límites en esta especificación. El comprador deberá especificar la aplicabilidad en una tabla de límites. En caso de que el comprador no especifique los límites, deberá aplicar la Tabla 0.2. Para asfaltos cementantes graduados por penetración a 77 °F (25 °C) (ver Especificación D946). En caso de ser necesario, las correcciones por volumen a asfaltos cementantes deberán aplicarse de acuerdo a la Práctica D4311.

2. Documentos de Referencia**2.1. Estándares ASTM:** ¹³

D5 Método Estándar para Prueba de Penetración de Materiales Bituminosos.

D92 Método Estándar para Temperaturas de Ignición e Inflamación por el Método Cleveland Open-Cup.

D95 Método Estándar para Productos Agua en Petróleo y Materiales Bituminosos por Destilación.

D113 Método Estándar para Prueba de Ductilidad de Materiales Bituminosos.

D140 Estándar de Prácticas para el Muestreo de Materiales Bituminosos.

D1754 Método Estándar para Efecto de Aire y Calor en Materiales Asfálticos (Prueba de Película de Asfalto al Horno).

D2042 Método Estándar para Prueba de Solubilidad de Materiales Asfálticos en Tricloroetileno.

D2170 Método Estándar para Viscosidad Cinemática de Asfaltos (Betunes).

D2171 Método Estándar para Viscosidad de Asfaltos por Viscosímetro Capilar al Vacío.

D2872 Método Estándar para Efecto de Aire y Calor en una Película Móvil de Asfalto (Prueba de Rodamiento de Película de Asfalto).

D4311 Práctica para Determinar la Corrección de Volumen a una Temperatura Base.

3. Fabricación

3.1. El asfalto cementante deberá ser preparado de petróleo crudo por métodos adecuados.

4. Requerimientos Físicos

4.1. El asfalto cementante deberá ser homogéneo, libre de humedad y no deberá burbujear cuando se caliente a 347 °F (175 °C).

4.2. Los asfaltos cementantes deberán cumplir con los requerimientos dados en la Tabla 0.2, Tabla 0.3 o Tabla 0.4, especificados por el comprador.

5. Métodos de Muestreo y Prueba

5.1. Muestrear y probar los asfaltos cementantes de acuerdo a los siguientes métodos:

5.1.1. *Muestreo.* Práctica D140.

- 5.1.2. *Humedad*. Método D95.
- 5.1.3. *Viscosidad a 140 °F (60 °C)*. Método D2171.
- 5.1.4. *Viscosidad a 275 °F (135 °C)*. Método D2170.
- 5.1.5. *Penetración*. Método D5.
- 5.1.6. *Temperatura de Inflamación, Cleveland Open-Cup*. Método D92 (Ver Tabla 0.2 y Tabla 0.3).
- 5.1.7. *Solubilidad en Tricloroetileno*. Método 2042.
- 5.1.8. *Prueba de Película de Asfalto al Horno*. Método D1754 (Ver Tabla 0.2 y Tabla 0.3).
- 5.1.9. *Prueba de Rodamiento de Película de Asfalto*. Método D2872 (Ver Tabla 0.4).
- 5.1.10. *Ductilidad*. Método D113.

Tabla 0.2. Requerimientos para Asfalto Cementante, Viscosidad Graduada a 140 °F (60 °C)

Nota 1. Graduación basada en asfalto original.

| Prueba | Grado de Viscosidad | | | | |
|---|---------------------|-----------|-------------|-------------|-------------|
| | AC-2.5 | AC-5 | AC-10 | AC-20 | AC-40 |
| Viscosidad. 140 °F (60 °C) [P] | 250 ± 50 | 500 ± 100 | 1,000 ± 200 | 2,000 ± 400 | 4,000 ± 600 |
| Viscosidad. 275 °F (135 °C), mín. [cSt] | 80 | 110 | 150 | 210 | 300 |
| Penetración. 77 °F (25 °C), 100 g, 5 s, mín. [dmm] | 200 | 120 | 70 | 40 | 20 |
| Temperatura de Inflamación. Cleveland Open-Cup. [°F (°C)] | 325 (163) | 350 (177) | 425 (219) | 450 (232) | 450 (232) |
| Solubilidad en tricloroetileno, mín. [%] | 99.0 | 99.0 | 99.0 | 99.0 | 99.0 |
| Residuos de la prueba de película al horno: | | | | | |
| Viscosidad. 140 °F (60 °C), máx. [P] | 1,250 | 2,500 | 5,000 | 10,000 | 20,000 |
| Ductilidad. 77 °F (25 °C), 5 cm/min, mín. [cm] | 100 ^A | 100 | 50 | 20 | 10 |

^A Si la ductilidad es menor a 100, el material será aceptado si la esta propiedad a 60 ° (15.5 °C) es mínimo 100 a una razón de esfuerzo de 5 cm/min.

Tabla 0.3. Requerimientos para Asfalto Cementante, Viscosidad Graduada a 140 °F (60 °C)

Nota 1. Graduación basada en asfalto original.

Nota 2. La Tabla 0.3 especifica asfaltos cuya susceptibilidad térmica es menor a los especificados en la Tabla 0.2. Los requerimientos de los asfaltos de la Tabla 0.2 deberán de ser los mismos requerimientos de la Tabla 0.3.

| Prueba | Grado de Viscosidad | | | | | |
|---|---------------------|-----------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| | AC-2.5 | AC-5 | AC-10 | AC-20 | AC-30 | AC-40 |
| Viscosidad. 140 °F (60 °C) [P] | 250 ± 50 | 500 ± 100 | 1,000 ± 200 | 2,000 ± 400 | 3,000 ± 600 | 4,000 ± 800 |
| Viscosidad. 275 °F (135 °C), mín. [cSt] | 125 | 175 | 250 | 300 | 350 | 300 |
| Penetración. 77 °F (25 °C), 100 g, 5 s, mín. [dmm] | 220 | 140 | 80 | 60 | 50 | 20 |
| Temperatura de Inflamación. Cleveland Open-Cup. [°F (°C)] | 325 (163) | 350 (177) | 425 (219) | 450 (232) | 450 (232) | 450 (232) |
| Solubilidad en tricloroetileno, mín. [%] | 99.0 | 99.0 | 99.0 | 99.0 | 99.0 | 99.0 |
| Residuos de la prueba de película al horno: | | | | | | |
| Viscosidad. 140 °F (60 °C), máx. [P] | 1,250 | 2,500 | 5,000 | 10,000 | 15,000 | 20,000 |
| Ductilidad. 77 °F (25 °C), 5 cm/min, mín. [cm] | 100 ^A | 100 | 75 | 50 | 40 | 25 |

^A Si la ductilidad es menor a 100, el material será aceptado si la ductilidad a 60 ° (15.5 °C) presenta un valor mínimo de 100 a una razón de esfuerzo de 5 cm/min.

Tabla 0.4. Requerimientos para Asfalto Cementante, Viscosidad Graduada a 140 °F (60 °C)

Nota 1. Graduación basada en el residuo de la prueba de rodamiento de película de asfalto.

| Prueba sobre Residuo de la Prueba de Rodamiento de Película de Asfalto ^A | Grado de Viscosidad | | | | |
|---|---------------------|------------------|---------------|---------------|----------------|
| | AR-1000 | AR-2000 | AR-4000 | AR-8000 | AR-16000 |
| Viscosidad. 140 °F (60 °C) [P] | 1,000 ± 250 | 2,000 ± 500 | 4,000 ± 1,000 | 8,000 ± 2,000 | 16,000 ± 4,000 |
| Viscosidad. 275 °F (135 °C), mín. [cSt] | 140 | 200 | 275 | 400 | 550 |
| Penetración. 77 °F (25 °C), 100 g, 5 s, mín. [dmm] | 65 | 40 | 25 | 20 | 20 |
| % de Penetración Original. 77 °F (25 °C), mín. | ... | 10 | 45 | 50 | 52 |
| Ductilidad. 77 °F (25 °C), 5 cm/min, mín. [cm] | 100 ^B | 100 ^B | 75 | 75 | 75 |
| Pruebas en Asfalto Original: | | | | | |
| Temperatura de Inflamación. Cleveland Open-Cup, mín. [°F (°C)] | 400 (205) | 425 (219) | 440 (227) | 450 (232) | 460 (238) |
| Solubilidad en tricloroetileno, mín. [%] | 99.0 | 99.0 | 99.0 | 99.0 | 99.0 |

^A Se deberá usar la prueba de película al horno, pero la prueba de rodamiento de película de asfalto deberá ser el método de referencia.

^B Si la ductilidad es menor a 100, el material será aceptado si esta propiedad a 60 ° (15.5 °C) presenta un valor mínimo de 100 a una razón de esfuerzo de 5 cm/min.

12 Este método está bajo la jurisdicción del Comité ASTM D04 de Materiales de Rodamiento Vehicular y es responsabilidad directa del Subcomité D04.40 en Especificaciones de Asfalto.

La actual edición fue aprobada en Junio 1, 2005. Publicada en Junio, 2005. Originalmente aprobada en 1975. Última edición aprobada en 1999 como D3381-92 (1999).

13 Para los Estándares ASTM de referencia, visitar el sitio web ASTM, www.astm.org, o contactar al Servicio al Cliente de ASTM por medio de service@astm.org. Para el "Libro Anual de Estándares ASTM", referir el Resumen del Documento desde la página web de ASTM.

ASTM (American Society for Testing and Materials) no se hace responsable respecto a la validez de cualquier derecho de patente asociado con cualquier artículo mencionado en este estándar. Los usuarios de este estándar quedan bajo aviso y bajo su propia responsabilidad por la determinación de la validez de cualquier derecho de patente, y el riesgo de infringir dichos derechos.

Este estándar está sujeto a revisión en cualquier momento bajo responsabilidad del comité técnico y deberá de ser revisado cada cinco años, en caso de no ser revisado deberá de ser rea-probado o retirado. Los comentarios para la revisión de este estándar deberán ser enviados a la Oficina Central de ASTM. Dichos comentarios serán tomados en consideración cuidadosamente por el comité técnico. En caso de que usted considere que sus comentarios no fueron tomados en cuenta, deberá hacer sus observaciones al Comité de Estándares ASTM, a la dirección que se muestra a continuación.

Este estándar está registrado por ASTM Internacional, junto con sus derechos, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 194428-2959, United States. Reimpresiones individuales (copia única o múltiple) para este estándar deberán ser obtenidas contactando ASTM a la dirección mencionada o a 610-832-9585 (Teléfono), 610-892-9555 (Fax), o service@astm.org (Correo electrónico); o a través de la página web ASTM (www.astm.org).

ASTM. Designación: D3279-90. Método Estándar para Separación de *n*-Heptano Insolubles¹⁴

Este método estándar es emitido bajo la designación D3279; el número inmediato después de la asignación indica el año de la aprobación o, en caso de revisión, el año de la última revisión. El número entre paréntesis indica el año de la última re-aprobación. El superíndice epsilon (ϵ) indica un cambio de editorial desde la última revisión o re-aprobación.

1. Alcance

1.1. Este método cubre la determinación del porcentaje masa de asfaltenos definidos por su insolubilidad en *n*-heptano. Y es aplicable a todos los sólidos y semisólidos asfaltos del petróleo que contengan pocas o nulas sustancias minerales, gasóleos, aceites combustibles pesados y petróleo crudo que haya sido tratado a un punto de corte de 650 °F (343 °C) o mayor.

1.2. *Este estándar no pretende abordar todos los problemas asociados con su uso; esto es responsabilidad del usuario al establecer las condiciones de seguridad y salud apropiadas a las prácticas, así como determinar la aplicabilidad de las limitaciones regulatorias a priori a su uso.* Los estatutos de precaución están dados en la Sección 7.

2. Documentos de Referencia**2.1. Estándares ASTM:**

C670 Estándar de Prácticas y Estatutos de Precisión para la Preparación de Pruebas en Materiales de Construcción¹⁵.

3. Resumen del Método

3.1. La muestra se dispersa en *n*-heptano y se filtra a través de una almohadilla de fibra de vidrio. Las sustancias insolubles son lavadas, secadas y pesadas.

4. Importancia y Aplicaciones

4.1. Este método es útil para cuantificar el contenido de asfaltenos en asfaltos de petróleo, gasóleos, aceites combustibles pesados y petróleo crudo. El contenido de asfaltos se define como todos los componentes no solubles en *n*-heptano.

5. Equipo y Materiales

5.1. El montado de los equipos que se muestran en la Figura 0.3, cuyo detalle de cada componente se muestra a continuación:

5.1.1. *Matraz Erlenmeyer*. 250 mL. Adaptado a un *Condensador Allihn* en posición de reflujo con juntas de 35/25.

5.1.2. *Agitador Magnético y Parrilla con Agitación Magnética*. Equipada con regulador de voltaje.

5.1.3. *Crisol Gooch*. Con cubierta de cristal por dentro y fuera, exceptuando la parte externa de la superficie del fondo. Con un diámetro aproximado de 44 mm en la parte superior y 36 mm en la parte inferior, con una profundidad de 28 mm.

5.1.4. *Almohadilla de Filtración*. Fibra de vidrio, 32 mm de diámetro¹⁶.

5.1.5. *Matraz de Succión (Kitasato)*. De pared gruesa, 500 mL.

5.1.6. *Embudo de Filtración*. 40 a 42 mm de diámetro interno.

5.1.7. *Manguera de Goma*. O adaptador para sostener el crisol Gooch en el embudo de filtración.

Nota 47. Cualquier otro accesorio que permita la filtración al vacío con el crisol Gooch podrán ser usados.

6. Solvente

6.1. *n*-Heptano. 99 % mol. (Grado puro).

7. Medidas de Seguridad

7.1. El *n*-heptano tiene un punto de ebullición de 209 °F (98 °C) y un punto de ignición de 30 °F (-1 °C), lo que significa que debe ser manejado con cuidado. Es recomendable que las etapas de dispersión y filtración sean efectuadas en una campana y alejadas de flamas u otras fuentes de calor.

8. Procedimiento

8.1. En el matraz Erlenmeyer de 250 mL, pesar con una incertidumbre máxima de 0.1 mg la cantidad de muestra a ser analizada, usando de 0.5 a 0.6 g para asfaltos de inyección de aire, de 0.7 a 0.8 g para asfaltos de pavimento aglutinantes y residuales de crudo y de 1.0 a 1.2 g para los provenientes de gasóleos o aceites combustibles pesados (Nota 48). Añadir el *n*-heptano en proporción de 100 mL de solvente por cada 1 g de la muestra, usar en forma proporcional, mayor o menor cantidad de solvente, dependiendo del tamaño de la muestra. A menos que el asfalto que encuentre en forma granular, calentar levemente la muestra para que se distribuya ligeramente en el fondo del matraz.

Nota 48. Las pruebas que muestran una pequeña cantidad de insolubles (± 0.3 % Masa) permanecen adheridas en las paredes del matraz a pesar de lavarse repetidamente. Cuando el nivel esperado de *n*-heptano insolubles sea 6 % o menor, usar preferentemente un matraz Erlenmeyer tarado de 250 mL. Después de que todo el precipitado posible haya sido lavado del matraz al crisol de filtrado en 8.3, incluir el matraz con el crisol para el secado, pesado y los procedimientos de cálculo en 8.3 y 9.1.

8.2. Colocar el matraz Erlenmeyer, con las muestras y agregarle el agitador magnético, en la parrilla con agitación magnética y asegurar el condensador en posición de reflujo. Con el agitador magnético en operación, ajustar el reflujo por un periodo de 15 a 20 min cuando se usen muestras de asfaltos de pavimentos aglutinantes, aceites combustibles, gasóleos o residuales de crudo. Para asfaltos de inyección de aire, el periodo de reflujo deberá de ser de 25 a 30 min. En todos los casos, permitir que la mezcla dispersa se enfríe a temperatura ambiente por un periodo de 1 h.

8.3. Colocar el crisol Gooch con la almohadilla de filtración en el horno cerca de 225 °F (107 °C) alrededor de 15 min, permitir que se enfríe en un secador y después pesar con incertidumbre máxima de 0.1 mg. Montar el crisol con la almohadilla de filtración en el matraz de succión y humedecer con 5 mL de *n*-heptano. (Ver Figura 0.4). Calentar el matraz con la muestra y el solvente de 100 a 120 °F (38 a 49 °C) en la parrilla y verter su contenido (exceptuando el agitador magnético) a través del filtro usando vacío. La filtración deberá ser efectuada más rápidamente si el líquido flotante es filtrado primero con los insolubles transferidos al filtro. Supervisar el vaso de precipitados o el matraz mientras se transfiere el último precipitado usando una espátula de acero inoxidable con punta cuadrada. Lavar el precipitado con tres porciones de *n*-heptano de 10 mL cada una, primero enjuagar el matraz. Colocar el crisol en el horno a 225 °F por un periodo de 15 min. Enfriar en un secador y pesar.

9. Cálculo y Reporte

11.1. Calcular el porcentaje en masa de los *n*-heptano insolubles (NHI) a partir del porcentaje en peso de la muestra original como se muestra a continuación:

$$\text{NHI } [\%] = (A / B) \times 100$$

Donde:

A es la masa de los insolubles.

B es la masa de la muestra.

Para porcentajes de insolubles menores a 1.0, reportar con una incertidumbre máxima de 0.01 %; para porcentajes de insolubles de 1.0 o mayores, reportar con una máxima de 0.1 %.

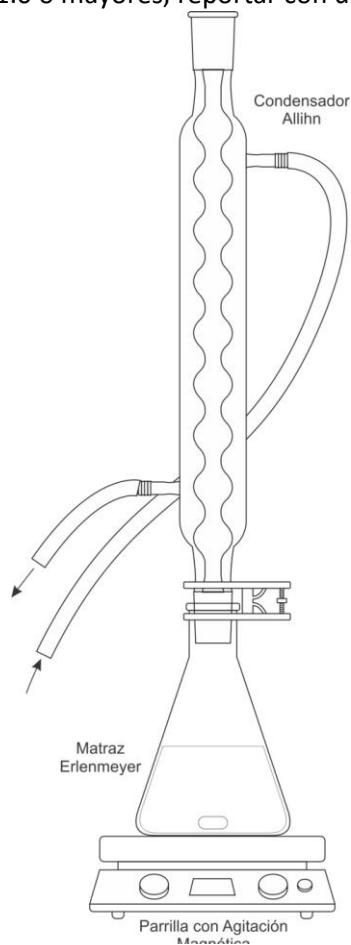


Figura 0.3. Equipo de Dispersión

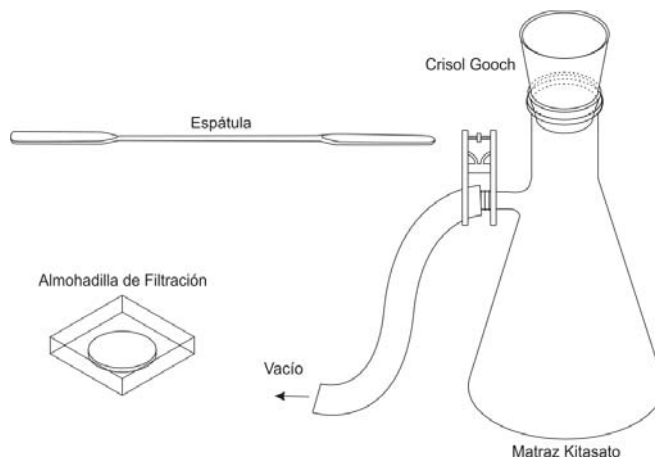


Figura 0.4. Equipo de Filtración

10. Precisión y Consideraciones

10.1. La precisión del método será determinada como se muestra a continuación:

| | Desviación Estándar | Rango Aceptable de Dos Resultados ^A |
|----------------------|---------------------|--|
| Operador individual | 0.53 % NHI | 1.51 % NHI |
| Operadores múltiples | 0.93 % NHI | 2.78 % NHI |

^A Estos números representan el (1S) y el (D2S) límites como se describen en el estándar de prácticas C670. La precisión es válida para muestras en un rango de 4.0 a 29.0 % NHI.

14 Este método está bajo la jurisdicción del Comité ASTM D-4 de Materiales de Construcción para Techado, Impermeabilización y Materiales Bituminosos, y es responsabilidad directa del Subcomité D04.47 en Pruebas de Distintos Tipos de Asfaltos.

La actual edición fue aprobada en Octubre 26, 1990. Publicada en Diciembre, 1990. Originalmente publicada como D3279-73T. Última edición previa D3279-83.

15 "Libro Anual de Estándares ASTM". Volúmenes 04.02 y 04.03.

16 Almohadillas de Filtración de Fibra de Vidrio, No. 934AH, disponible en Reeve Angel and Co., Clifton, NJ.

ASTM (American Society for Testing and Materials) no se hace responsable respecto a la validez de cualquier derecho de patente asociado con cualquier artículo mencionado en este estándar. Los usuarios de este estándar quedan bajo aviso y bajo su propia responsabilidad por la determinación de la validez de cualquier derecho de patente, y el riesgo de infringir dichos derechos.

Este estándar está sujeto a revisión en cualquier momento bajo responsabilidad del comité técnico y deberá de ser revisado cada cinco años, en caso de no ser revisado deberá de ser rea-probado o retirado. Los comentarios para la revisión de este estándar deberán ser enviados a la Oficina Central de ASTM. Dichos comentarios serán tomados en consideración cuidadosamente por el comité técnico. En caso de que usted considere que sus comentarios no fueron tomados en cuenta, deberá hacer sus observaciones al Comité de Estándares ASTM, 1916 Race Street, Philadelphia, CP 19103.

ASTM. Designación: D4124-86. Método Estándar para La Separación de Asfalto en Cuatro Fracciones¹⁷

Este método estándar es emitido bajo la designación D4124; el número inmediato después de la asignación indica el año de la aprobación o, en caso de revisión, el año de la última revisión. El número entre paréntesis indica el año de la última re-aprobación. El superíndice epsilon (ϵ) indica un cambio de editorial desde la última revisión o re-aprobación.

1. Alcance

1.1. Estos métodos cubren la separación de fracciones definidas de los asfaltos del petróleo. Las cuatro fracciones están definidas como saturados, naftenos aromáticos, aromáticos polares, y nC_7 -asfaltenos. Este método también puede ser usado para aislar saturados, naftenos aromáticos y aromáticos polares con productos de destilación tales como gasóleos al vacío, aceites líquidos y compuestos cíclicos. Estos productos de destilación por lo general no contienen asfaltenos.

1.2. *Este estándar puede involucrar materiales, procedimientos y equipo peligrosos. Este estándar no pretende abordar todos los problemas asociados con su uso; esto es responsabilidad del usuario al establecer las condiciones de seguridad y salud apropiadas a las prácticas, así como determinar la aplicabilidad de las limitaciones regulatorias a priori a su uso.* Los estatutos de precaución están dados en la Sección 8.

2. Documentos de Referencia**2.1. Estándares ASTM:**

C670 Estándar de Prácticas y Estatutos de Precisión para la Preparación de Pruebas en Materiales de Construcción¹⁸.

C802 Estándar de Prácticas para Conducir un Programa de Pruebas Interlaboratorio para Determinar la Precisión de los Métodos de Análisis para Materiales de Construcción¹⁸.

D140 Estándar de Prácticas para el Muestreo de Materiales Bituminosos¹⁸.

D3279 Método Estándar para Separación de n -Heptano Insolubles¹⁸.

2.2. Otros Documentos:

Estándar de Análisis de Hidrocarburos¹⁹.

3. Descripción de los Términos Específicos de este Estándar.

3.1. *Asfaltenos o n -Heptano Insolubles.* Sustancias insolubles que pueden ser separadas del asfalto después de la digestión del asfalto en n -heptano bajo las condiciones específicas de este método.

3.2. *Naftenos Aromáticos.* Sustancias que son adsorbidas en alúmina calcinada F-20 en presencia de n -heptano, y desorbidas con tolueno, después de remover de los compuestos saturados bajo las condiciones específicas de este método.

3.3. *Petrolenos o Maltenos.* Las sustancias solubles en n -heptano recuperadas después de la separación de asfaltenos de la mezcla digerida bajo condiciones específicas de este método.

3.4. *Aromáticos Polares.* Sustancias desorbidas de la alúmina calcinada F-20, después de que los compuestos saturados y los naftenos aromáticos han sido removidos, usando como solventes tolueno y tricloroetileno bajo las condiciones específicas de este método.

3.5. *Compuestos Saturados*. Sustancias que por filtración en solvente *n*-heptano, no son adsorbidas por la alúmina calcinada F-20 bajo las condiciones específicas de este método.

MÉTODO A

4. Resumen del Método

4.1. La muestra que contiene las cuatro fracciones definidas, primero es separada en los asfaltenos *n*-heptano insolubles y los maltenos *n*-heptano solubles. Los maltenos son entonces adsorbidos en alúmina calcinada F-20 y más adelante es fraccionada en fracciones de compuestos saturados, naftenos aromáticos y aromáticos polares por elución de solvente en una columna cromatográfica. Las fracciones eluidas son recuperadas con otro solvente a priori a la ponderación final. Las tres fracciones eluidas más la fracción de *n*-heptano precipitada (*nC*₇) asfaltenos comprenden las cuatro fracciones definidas en la Sección 3.

5. Importancia y Aplicaciones

5.1. Este método separa asfaltos en sus cuatro fracciones definidas. Los análisis de estas fracciones pueden ser usados para evaluar la composición del asfalto. Por ejemplo, se pueden comparar las proporciones de las fracciones con otros sistemas de asfaltos para evaluar los parámetros de proceso y envejecimiento y relacionarlos con las propiedades de desempeño del asfalto.

6. Equipo y Materiales

- 6.1. *Columna de Vidrio Cromatográfica*²⁰. 1000 mm de longitud y 31 mm de diámetro interno con características especificadas en Figura 0.5.
- 6.2. *Servicios*. Vapor, vacío, nitrógeno, horno de secado (estufa), rotavapor separador de solvente y mantilla eléctrica de calentamiento opcional.
- 6.3. *Vasos de Precipitados*. Graduados; *Matraces Erlenmeyer*. 400 mL; *Matraces de Bola*. 500 mL, en caso de usar rotavapor para remover el solvente.
- 6.4. *Embudos*. Adición compensada, dos, 500 mL.
- 6.5. *Embudo Büchner (vacío)*. 12.5 cm.
- 6.6. *Embudo Separador*. 1 L, llave de cierre de TFE-fluorocarbono preferentemente.
- 6.7. *Matraz de Succión (Kitasato)*. 2 L.
- 6.8. *Matraz Erlenmeyer*. 2 L, con tapón de goma cubierto de aluminio.
- 6.9. *Piseta*. 500 mL, polietileno o TFE-fluorocarbono.
- 6.10. *Platos de Evaporación*. Porcelana, 16 y 28 cm.
- 6.11. *Balanza Analítica*.
- 6.12. *Papel Filtro*. Baja a mediana velocidad de filtrado, grado cualitativo, 12.5 cm diámetro.
- 6.13. *Dedal de Extracción*. 33/94 mm.
- 6.14. *Agitador*. Accionado por aire.
- 6.15. *Varilla de Agitación*. Con tapón de goma cubierto de aluminio adecuado para ajustar el matraz Erlenmeyer de 2 L.
- 6.16. *Fibra de Vidrio*. Borosilicato.
- 6.17. *Parrilla Eléctrica*.

7. Reactivos y Absorbentes

- 7.1. *Alúmina*²¹. F-20, grado cromatográfico, calcinada a 775 °F (413 °C) por 16 h y almacenada en un recipiente evacuado o en recipiente hermético.
-

7.2. *n*-Heptano. (Nota 49), 99 % mol. (Grado puro).

Nota 49. El *n*-Heptano deberá estar totalmente libre de humedad. Pretratar el *n*-heptano con un tamiz molecular 5A por reflujo sobre hidruro de calcio será necesario para remover la humedad residual en el solvente.

7.3. *Metanol*. Anhidro. Grado reactivo.

7.4. *Tolueno*. Grado reactivo.

7.5. *Tricloroetileno*. Punto de ebullición 86.5 a 87.5 °C.

MÉTODO A

Embudo de adición compensada,
Graduado 500 mL con junta cónica
24/40 estándar o el tamaño
equivalente de juntas esféricas

Junta cónica 24/40 o el tamaño
equivalente de juntas esféricas

Columna de Vidrio de
Borosilicato. 3.1 cm ID x 100 cm

Tapón de Fibra de Vidrio cóncavo.
Almohadilla de Filtración con corte
33/94 mm para Dedal de Extracción

Llave de Cierre de TFE-Fluorocarbono
2 mm con ajuste Vernier

Junta cónica 24/40 o el tamaño
equivalente de juntas esféricas

Embudo de adición compensada.
Recepción. Inferior

Receptor tarado. (Vaso de precipitados
o matraz)

MÉTODO B

Embudo de adición compensada,
Graduado, 125 mL con junta cónica
24/40 estándar o el tamaño
equivalente de juntas esféricas

Junta cónica 24/40 o el tamaño
equivalente de juntas esféricas

Columna de Vidrio de
Borosilicato. 2.5 cm ID x 51 cm

Tapón de Fibra de Vidrio cóncavo.
Almohadilla de Filtración con corte
26/60 mm para Dedal de Extracción

Llave de Cierre de TFE-Fluorocarbono
2 mm con ajuste Vernier

Junta cónica 24/40 o el tamaño
equivalente de juntas esféricas

Embudo de adición compensada.
Recepción. Inferior

Receptor tarado. (Vaso de precipitados
o matraz)

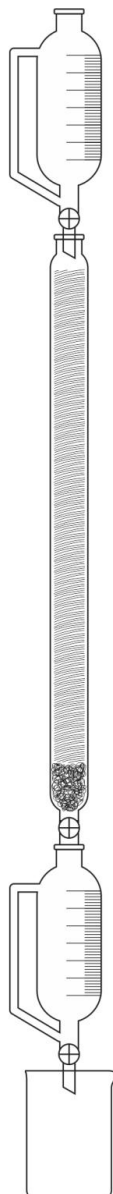


Figura 0.5. Columna Cromatográfica para Separación de Asfalto por Elución-Adsorción (Métodos A o B)

8. Medidas de Seguridad

8.1. La mayoría de los solventes orgánicos usados en este método son inflamables y considerablemente tóxicos. Se deben tener como referencia las hojas de seguridad de cada sustancia empleada por el proveedor. Estos solventes deben ser manejados con cuidado y en

áreas bien ventiladas. Todas las áreas de trabajo deberán de mantenerse libres de chispas, flamas o cualquier otro objeto a alta temperatura.

9. Muestreo y Preparación de Muestras

9.1. Colocar las muestras de acuerdo al Método D140, deberán ser muestras representativas y libres de sustancias ajenas. Las muestras para analizar en 10.1.1 deberán de transferirse por enfriamiento para facilitar la ruptura por fractura de la muestra o por calentamiento de la muestra hasta que haya alcanzado la suficiente fluidez para ser vertida. **Precaución:** En ningún caso se deberá calentar más de 200 °F (110 °C) por encima de la temperatura de ablandamiento esperada. Transferir desde una porción representativa del cuerpo de la muestra a un contenedor más pequeño, será necesaria la determinación de la masa de la muestra una incertidumbre de 0.01 g o menor en 10.1.1.

10. Procedimiento

10.1. Separación de los Asfaltenos y los Maltenos:

10.1.1. Pesar con una incertidumbre de 0.01 g o menor, la suficiente cantidad de asfalto y colocar en el matraz Erlenmeyer de 2 L. (Nota 50) de modo que esto rinda cerca de 10 g de maltenos como se indica en la siguiente ecuación:

$$\text{Peso de la muestra [g]} = 1000 / (100 - \% \text{ asfaltenos})$$

Para asfaltos de pavimento, esto deberá ser de 11 a 13 g de asfalto y ligeramente mayor para asfaltos de inyección de aire. A menos que el asfalto se encuentre en forma granulada, calentar el matraz ligeramente con una parrilla o con un plato caliente y dispersar el asfalto sobre el fondo y la parte inferior de matraz antes de añadir el *n*-heptano, en proporción de 100 mL de solvente por cada 1 g de muestra.

Nota 50. La cantidad de asfalto requerida para 10 g de maltenos podrá ser fácilmente predeterminada de acuerdo al Método D3279.

10.1.2. Instalar un agitador accionado por aire colocándolo en el interior del matraz a priori a colocar el matraz y sus contenidos en un baño de vapor. La varilla de agitación deberá de rotar dentro de un tapón de goma cubierto con aluminio para sellar el matraz Erlenmeyer y de este modo reducir la evaporación del *n*-heptano. Mantener el solvente a una temperatura cercana a su temperatura de ebullición y mezclar los contenidos del matraz a una rapidez moderada hasta que no se observe asfalto adherido a las paredes del matraz. Tomar el tiempo y continuar el agitado por 1 h más. Normalmente 1 h es tiempo suficiente para reducir los asfaltos, pero para asfaltos modificados o asfaltos de inyección por aire la digestión se puede extender hasta 1.5 h. Después de la digestión, remover el matraz y el equipo de mezclado del baño de vapor. Enjuagar el agitador en cuanto haya sido removido del matraz con *n*-heptano con ayuda de una piseta. Cubrir el matraz con un tapón de goma cubierto de aluminio y dejar reposar durante toda una noche a temperatura ambiente para que los asfaltenos puedan precipitarse en el fondo del matraz.

10.1.3. Colocar el embudo Büchner de 12.5 cm de baja a mediana velocidad de filtrado, usando papel filtro de grado cualitativo y un matraz de succión (Kitasato) de 2 L. El embudo de separación de 1 L se suspenderá a 25 mm aproximadamente por encima del centro del papel filtro.

10.1.4. Decantar la mayor cantidad posible de la solución transparente de heptano-malthenos de la mezcla preparada en 10.1.2 y colocarla directamente en el embudo de separación.

10.1.5. Humedecer el papel filtro en el embudo Büchner con *n*-heptano utilizando la piseta y aplicar la suficiente succión al matraz para asegurar que el papel filtro quede firmemente adherido a la superficie del embudo previo a la filtración. Agregar la solución de maltenos del embudo de separación a una rapidez controlada y de tal forma que todo el filtrado tenga lugar en el centro del papel. El papel filtro deberá ser humedecido periódicamente con la piseta para asegurar un sellado hermético con la superficie del embudo. Después de que el filtrado haya sido completado, es recomendable vaciar o reemplazar el matraz Kitasato antes de proceder con la fase final del proceso de filtrado.

10.1.6. Examinar los insolubles del filtrado de 10.1.5 dejando caer una gota del filtrado en papel filtro, refiltrar si aparece un anillo en el papel.

10.1.7. Transferir directamente los contenidos sobrantes del matraz Erlenmeyer al embudo Büchner, usando solvente adicional de la piseta y lavar repetidamente la muestra de asfaltenos hasta que el filtrado comience a tornarse traslúcido. Tener cuidado de no arrastrar insolubles sobre los bordes del papel filtro en el filtrado. Después, transferir el papel filtro y todos sus contenidos a un vaso de precipitados de 500 mL y colocar 150 mL de *n*-heptano. Calentar los contenidos en el vaso de precipitados durante 30 min con un agitado ocasional para remover los materiales solubles en *n*-heptano contenidos en la muestra de asfaltenos. Filtrar la solución caliente a través del mismo embudo Büchner con un nuevo papel filtro, tarar previamente el papel filtro usando el procedimiento prescrito. Continuar lavando la muestra de asfaltenos hasta que el filtrado se torne traslúcido. Examinar el filtrado de insolubles como en 10.1.6 y repetir el procedimiento en caso de aparecer un anillo en el papel.

10.2. *Evaporación del Solvente:*

10.2.1. Transferir las muestras de asfaltenos en los papeles filtro (10.1.5 y 10.1.7) en un disco de evaporación de 16 cm y secar en el horno a 220 °F (104 °C) hasta que se obtenga una masa constante. Reportar la masa neta de asfaltenos recuperada y almacenar si es deseado en un recipiente con tapa rosca.

10.2.2. Remover el heptano de los filtrados que contienen maltenos (10.1.5 y 10.1.7) usando los estándares de laboratorio. Concentrar los maltenos en una solución aproximada de 50 mL y transferir el concentrado a un vaso de precipitados de 150 mL. El concentrado de maltenos deberá permanecer lo suficientemente fluido para permitir la fácil transferencia del concentrado a una columna cromatográfica para su subsecuente separación en las tres fracciones definidas con anterioridad.

10.3. *Separación del Concentrado de Maltenos en Tres Fracciones Definidas:*

10.3.1. Colocar la columna cromatográfica con los accesorios mostrados en la Figura 0.5. Colocar una almohadilla de filtrado cóncava en el fondo de la columna, cortar el fondo para la extracción con el dedal (6.13), seguido de un tapón de 25 mm de fibra de vidrio. Agregar cuidadosamente 450 g de alúmina calcinada y tapar la columna con un objeto de goma cubierto. Colocar un tapón de fibra de vidrio en la parte superior de la cama de alúmina y agregar 50 mL de *n*-heptano para humedecer la columna. Proceder inmediatamente con 10.3.2.

10.3.2. Trasferir el concentrado de maltenos de 10.2.2 a la columna, usando la menor cantidad de *n*-heptano. Iniciar la adición de los eluyentes con 200 mL de *n*-heptano (Ver Tabla 0.5) con el embudo de adición compensada a una rapidez de goteo aproximada de 5 mL/min (Figura 0.5); simultáneamente recolectar el eluido a una rapidez de 5 ± 1 mL/min en el embudo receptor; y

subsecuentemente drenar el eluido en los contenedores tarados (con 0.01 g de incertidumbre máxima) de acuerdo al programa de la Tabla 0.5.

10.3.2.1. **Precaución:** En ningún momento el nivel del líquido en la columna deberá permitir el goteo por debajo de la parte superior de la cama de alúmina hasta que el disco de solvente final sea removido.

10.3.3. Agregar el nuevo eluyente a la columna antes del último corte del eluyente previo. Basado en estudios previos, dicho procedimiento regula el fraccionamiento, siempre que los cortes de eluyente estén de acuerdo con el programa de la Tabla 0.5. Este procedimiento requiere de mucha atención, especialmente durante la colección de los compuestos saturados y los naftenos aromáticos. El punto de corte entre las fracciones de naftenos aromáticos y aromáticos polares es más claro y deberá ser mejorado, ya sea por un corte rápido o por aumento del volumen de este corte, observado por el descenso de un anillo negro de aromáticos polares. El volumen de elución puede variar con la composición de la alimentación y el punto de corte deberá ser efectuado a medida que el anillo negro llegue hasta el fondo de la cama de alúmina. La fracción de naftenos aromáticos eluida produce un color que va desde amarillo hasta un rojo oscuro, mientras que la fracción eluida de aromáticos polares es casi negra. El disco formado por solvente en la columna, será drenado por gravedad al final del proceso de elución y deberá ser esencialmente incoloro.

10.3.4. Recuperar las tres fracciones usando los procedimientos estándar de laboratorio en extracción por solventes y reportar la masa neta de cada fracción.

11. Cálculo y Reporte

11.1. Calcular el porcentaje en masa de las fracciones, F, como el porcentaje en masa de las muestras originales como se muestra a continuación:

$$F [\%] = (A / B) \times 100$$

Donde:

A es la fracción masa.

B es la masa de la muestra.

11.2. Reportar los porcentajes con una incertidumbre menor a 0.1 % en masa.

12. Precisión y Consideraciones

12.1. Los criterios para evaluar la aceptabilidad de los resultados experimentales obtenidos para este método son indicados en la Tabla 0.7. La información obtenida de las pruebas, siete más que diez laboratorios como se recomienda en el Estándar de Prácticas C802.

12.2. Las sustancias y su rango de recuperación están descritos en la Tabla 0.7. Estos números representan el (1S) y el (D2S) límites como se describen en el estándar de prácticas C670. Este estatuto de precisión aplica sólo en los intervalos cubiertos en este estudio. Los resultados experimentales que estén fuera de los límites establecidos pueden tener distintos valores de precisión.

Tabla 0.5. Programa de Separación

| Volúmenes de Alimentación en la Columna | | Fracciones Recuperadas en Contenedores Tarados | |
|---|-----|--|--------------------------|
| Solvente Eluyente | mL | Fracción Eluída | Total [mL ^A] |
| <i>n</i> -Heptano | 200 | Compuestos Saturados (S) | 300 |
| Tolueno | 100 | Naftenos aromáticos (N-A) | 600 |
| Tolueno | 300 | | |
| Metanol/tolueno | 300 | Aromáticos Polares (P-A) | 600+Tapón |
| Tricloroetileno | 600 | | |
| Disco de la columna | ... | | |

^A Los volúmenes aproximados de eluyente desde los puntos de corte pueden ser ajustados (10.3.3) y el disco formado por solvente puede variar.

Tabla 0.6. Repetición del Análisis de Composición (Cemento Asfáltico, Penetración 89)

| Fracción | Masa de la Muestra | |
|----------------------|--------------------|-----------|
| | Corrida 1 | Corrida 2 |
| Compuestos saturados | 10.8 | 11.1 |
| Naftenos aromáticos | 39.3 | 39.9 |
| Aromáticos polares | 36.6 | 35.5 |
| Asfaltenos | 13.0 | 12.8 |
| Total | 99.7 | 99.3 |

Tabla 0.7. Criterio de Aceptabilidad de Resultados Experimentales. Método A

| | % Masa de la Muestra | |
|----------------------------------|----------------------|-----------------------------------|
| | Desviación Estándar | Rango Aceptable de Dos Resultados |
| Precisión. Operador individual: | | |
| Asfaltenos 9 a 29 % | 0.32 | 0.9 |
| Compuestos Saturados 8 a 16 % | 0.44 | 1.2 |
| Naftenos Aromáticos 27 a 41 % | 1.03 | 2.9 |
| Aromáticos Polares 20 a 41 % | 0.78 | 2.2 |
| Precisión. Operadores múltiples: | | |
| Asfaltenos 9 a 29 % | 0.95 | 2.7 |
| Compuestos Saturados 8 a 16 % | 0.70 | 1.9 |
| Naftenos Aromáticos 27 a 41 % | 2.26 | 6.4 |
| Aromáticos Polares 20 a 41 % | 2.37 | 6.7 |

MÉTODO B - MÉTODO CORTO

13. Equipo y Materiales

13.1. *Columna de Vidrio Cromatográfica*²². 510 mm de longitud y 25 mm de diámetro interno con características especificadas en Figura 0.5Figura 0.3.

13.2. *Servicios*. Vapor, vacío, nitrógeno, horno de secado (estufa).

13.3. *Vasos de Precipitados*. Graduados, 100 y 150 mL.

13.4. *Embudos*. Adición compensada, dos, 125 mL.

13.5. *Crisol*. Gooch²³.

13.6. *Embudo Separador*. 500 mL, llave de cierre de TFE-fluorocarbono preferentemente.

13.7. *Embudo para Matraz Erlenmeyer*. Boca ancha, 500 mL, con tapón de goma cubierto de aluminio.

13.8. *Matraz de Succión (Kitasato)*. 500 mL.

13.9. *Plato de Evaporación*. Porcelana, 16 cm.

13.10. *Almohadilla de Filtración de Fibra de Vidrio*. 3.2 cm de diámetro²⁴.

13.11. *Dedal de Extracción*. 26/60 mm.

13.12. *Varilla de Agitación.* Con tapón de goma cubierto de aluminio adecuado para ajustar el matraz Erlenmeyer de 500 mL.

13.13. *Fibra de Vidrio.* Borosilicato.

14. Procedimiento

14.1. *Separación de Asfaltenos y Maltenos:*

14.1.1. Pesar con un grado de incertidumbre de 0.001 g la suficiente cantidad de asfalto para que rinda 2 g de maltenos como se indica en la siguiente ecuación:

$$\text{Peso de la muestra [g]} = 200 / (100 - \% \text{ asfaltenos})$$

14.1.1.1. Para asfaltos de pavimento, esto debería de ser de 2.3 y 2.5 g de asfalto y ligeramente mayor para asfaltos de inyección de aire. A menos que el asfalto se encuentre en forma granulada, calentar el matraz ligeramente con una parrilla o con un plato caliente y dispersar el asfalto sobre el fondo y la parte inferior de matraz antes de añadir el *n*-heptano, en proporción de 100 mL de solvente por cada 1 g de muestra.

Nota 51. La cantidad de asfalto requerida para 2 g de maltenos podrá ser fácilmente predeterminada de acuerdo al Método D3279.

14.1.2. Instalar un agitador accionado por aire colocándolo en el interior del matraz a priori, colocarlo y a sus contenidos en un baño de vapor. La varilla de agitación deberá de rotar dentro de un tapón de goma cubierto con aluminio para sellar el matraz Erlenmeyer y de este modo reducir la evaporación del *n*-heptano. Mantener el solvente a una temperatura cercana a su temperatura de ebullición y mezclar los contenidos del matraz a una rapidez moderada por 1/2 h. Después de la digestión, remover el matraz y el equipo de mezclado del baño de vapor. Enjuagar el agitador en cuanto haya sido removido del matraz con *n*-heptano con ayuda de una piseta. Cubrir el matraz con un tapón de goma cubierto de aluminio y dejar reposar durante toda una noche a temperatura ambiente para que los asfaltenos puedan precipitarse en el fondo del matraz.

14.1.3. Colocar el crisol Gooch correctamente ensamblado con la almohadilla de fibra de vidrio y el matraz Kitasato de 500 mL. El embudo de separación de 500 mL se suspenderá a 25 mm aproximadamente por encima del centro de la almohadilla de fibra de vidrio.

14.1.4. Decantar la mayor cantidad posible de la solución transparente de heptano-malthenos de la mezcla preparada en 14.1.2 y colocarla directamente en el embudo de separación.

14.1.5. Humedecer el papel filtro en el crisol Gooch con *n*-heptano utilizando la piseta y aplicar la suficiente succión al matraz para asegurar que la almohadilla de filtración quede firmemente adherido a la superficie del crisol previo a la filtración. Agregar la solución de malthenos del embudo de separación a una rapidez controlada.

14.1.6. Transferir directamente los contenidos sobrantes del matraz Erlenmeyer al crisol Gooch, usando solvente adicional de la piseta y lavar repetidamente la muestra de asfaltenos hasta que el filtrado comience a tornarse traslúcido. Examinar los insolubles del filtrado dejando caer una gota del filtrado en papel filtro, refiltrar si aparece un anillo en el papel.

14.1.7. Los asfaltenos adheridos al matraz, varilla de agitación, etcétera, podrán ser recuperados por disolución en solvente.

14.1.8. Remover el solvente usando los procedimientos estándares de laboratorio, reportar la masa neta, y agregar la masa neta determinada en 14.1.2.

14.2. *Evaporación del Solvente:*

14.2.1. Remover el crisol del soporte y dejar reposar a temperatura ambiente por 10 min para permitir la evaporación del heptano. A continuación, colocar el crisol Gooch que contiene los asfaltenos en el horno a 220 °F (104 °F) y dejar secar hasta que se consiga una masa constante en la muestra, reportar la masa neta de asfaltenos recuperados.

14.2.2. Los filtrados que contengan maltenos (14.1.5) deberán ser transferidos a un plato de evaporación de 160 mm y el volumen del solvente será reducido utilizando un baño de vapor. No sobrellenar el disco de evaporación. Concentrar la solución de maltenos a 20 mL aproximadamente, después transferir el concentrado a un vaso de precipitados de 100 mL. Los maltenos deberán permanecer lo suficiente mente fluidos para ser vertidos a una columna cromatográfica para su subsecuente separación en tres fracciones definidas.

14.2.3. Colocar la columna cromatográfica con los accesorios mostrados en la Figura 0.5. Colocar una almohadilla de filtrado cóncava, cortar el fondo para la extracción con el dedal (9.13), seguido de un tapón de 25 mm de fibra de vidrio. Aflojar la abrazadera de la parte superior de la columna aproximadamente 0.5 in, después agregar cuidadosamente 150 g de alúmina calcinada y tapar la columna con un objeto de goma cubierto, en caso de ser necesario, reducir la altura de la cama de alúmina hasta 380 ± 10 mm. Colocar un tapón de fibra de vidrio en la parte superior de la cama de alúmina.

14.2.4. Humedecer inmediatamente la columna con 20 mL de *n*-heptano, después, transferir el concentrado de maltenos de 14.2.2 a la columna, usando la menor cantidad de *n*-heptano. Iniciar la adición de los eluyentes con *n*-heptano (Ver la Tabla 0.8) con el embudo de adición compensada a una rapidez de goteo aproximada de 2 a 3 mL/min. (Figura 0.5Figura 0.3); simultáneamente recolectar el eluído a una rapidez de 2 a 3 mL/min en el embudo receptor; y subsecuente drenar el eluído en los contenedores tarados de 150 mL (con 0.001 g de incertidumbre máxima) de acuerdo al programa de la Tabla 0.8.

14.2.5. Agregar el nuevo eluyente a la columna antes del último corte del eluyente previo. Basado en estudios previos, dicho procedimiento regula el fraccionamiento, siempre que los cortes del eluyente estén de acuerdo con el programa de la Tabla 0.5. Este procedimiento requiere de mucha atención, especialmente durante la colección de los compuestos saturados y los naftenos aromáticos. El volumen eluído de los compuestos saturados puede variar y el punto de corte estará indicado si se presenta una coloración amarilla antes de que el volumen previsto de eluído sea obtenido. El punto de corte entre las fracciones de naftenos aromáticos y aromáticos polares es más claro y deberá ser mejorado, ya sea por un corte rápido o por el aumento del volumen de este corte, observar por el descenso de un anillo negro de aromáticos polares. El volumen de elución puede variar con la composición de la alimentación y el punto de corte deberá ser efectuado a medida que el anillo negro llegue hasta el fondo de la cama de alúmina. La fracción de naftenos aromáticos eluída produce un color que va desde el amarillo hasta un rojo oscuro, mientras que la fracción eluída de aromáticos polares es casi negra. El disco formado por solvente en la columna, será drenado por gravedad al final del proceso de elución y deberá ser esencialmente incoloro.

15. Cálculo y Reporte

15.1. Calcular el porcentaje en masa de las fracciones, F, como el porcentaje en masa de las muestras originales como se muestra a continuación:

$$F [\%] = (A / B) \times 100$$

Donde:

A es la fracción masa.

B es la masa de la muestra.

15.2. Reportar los porcentajes con una incertidumbre menor a 0.1 % en masa.

Tabla 0.8. Programa de Separación

| Volúmenes de Alimentación en la Columna | | Fracciones Recuperadas en Contenedores Tarados | |
|---|-----|--|--------------------------|
| Solvente Eluyente | mL | Fracción Eluída | Total [mL ^A] |
| <i>n</i> -Heptano | 65 | Compuestos Saturados (S) | 100 |
| Tolueno | 35 | | |
| Tolueno | 100 | Naftenos aromáticos (N-A) | 200 |
| Metanol/tolueno | 100 | | |
| Tricloroetileno ^B | 200 | Aromáticos Polares (P-A) | 200+Tapón |
| Disco de la columna | ... | | |

^A Los volúmenes aproximados de eluyente desde los puntos de corte pueden ser ajustados (14.2.5) y el disco formado por solvente puede variar.

^B Los componentes del asfalto restantes en la columna empacada después del tricloroetileno eluído pueden ser removidos con 100 mL de metanol.

16. Precisión y Consideraciones

16.1. Los criterios para evaluar la aceptabilidad de los resultados experimentales obtenidos para este método se indicados en la Tabla 0.9.

Tabla 0.9. Criterio de Aceptabilidad de Resultados Experimentales. Método B

Nota. Estos números representan el (1S) y el (D2S) límites como se describen en el estándar de prácticas C670. Este estatuto de precisión aplica sólo en los intervalos cubiertos en este estudio. Los resultados experimentales que estén fuera de los límites establecidos pueden tener distintos valores de precisión.

| | % Masa de la Muestra | |
|----------------------------------|----------------------|-----------------------------------|
| | Desviación Estándar | Rango Aceptable de Dos Resultados |
| Precisión. Operador individual: | | |
| Asfaltenos 9 a 29 % | 9 a 29 % | 0.32 0.9 |
| Compuestos Saturados 8 a 16 % | 8 a 16 % | 0.44 1.2 |
| Naftenos Aromáticos 27 a 41 % | 27 a 41 % | 1.03 2.9 |
| Aromáticos Polares 20 a 41 % | 20 a 41 % | 0.78 2.2 |
| Precisión. Operadores múltiples: | | |
| Asfaltenos 9 a 29 % | 9 a 29 % | 0.95 2.7 |
| Compuestos Saturados 8 a 16 % | 8 a 16 % | 0.70 1.9 |
| Naftenos Aromáticos 27 a 41 % | 21 a 41 % | 2.26 6.4 |
| Aromáticos Polares 20 a 41 % | 20 a 41 % | 2.37 6.7 |

17 Este método está bajo la jurisdicción del Comité ASTM D-4 de Materiales de Construcción para Techado, Impermeabilización y Materiales Bituminosos, y es responsabilidad directa del Subcomité D04.47 en Pruebas de Distintos Tipos de Asfaltos.

La actual edición fue aprobada en Diciembre 1, 1986. Publicada en Febrero, 1987. Originalmente publicada como D4124-82. Última edición previa D4124-84.

18 "Libro Anual de Estándares ASTM". Volúmenes 04.03.

19 Disponible en ASTM como PCN 03-332030-12.

20 Puede ser hecha por cualquier profesional en soplado de vidrio.

21 Disponible en Aluminum Company of America, Pittsburg, PA.

22 Disponible en Ace Glass Inc. Vineland, NJ, o puede ser hecha por cualquier profesional en soplado de vidrio.

23 Crisol Gooch, Coor No. 27009, disponible en Gooch Porcelain.

24 Almohadillas de Filtración de Fibra de Vidrio, No. 934AH, disponible en Reeve Angel and Co., Clifton, NJ.

ASTM (American Society for Testing and Materials) no se hace responsable respecto a la validez de cualquier derecho de patente asociado con cualquier artículo mencionado en este estándar. Los usuarios de este estándar quedan bajo aviso y bajo su propia responsabilidad por la determinación de la validez de cualquier derecho de patente, y el riesgo de infringir dichos derechos.

Este estándar está sujeto a revisión en cualquier momento bajo responsabilidad del comité técnico y deberá de ser revisado cada cinco años, en caso de no ser revisado deberá de ser rea-probado o retirado. Los comentarios para la revisión de este estándar deberán ser enviados a la Oficina Central de ASTM. Dichos comentarios serán tomados en consideración cuidadosamente por el comité técnico. En caso de que usted considere que sus comentarios no fueron tomados en cuenta, deberá hacer sus observaciones al Comité de Estándares ASTM, 1916 Race Street, Philadelphia, CP 19103.

ASTM. Designación: D7173-05. Estándar de Prácticas para la Determinación de la Tendencia a la Separación de Polímero en Asfaltos Modificados con Polímero²⁵

Este método estándar es emitido bajo la designación D7173: el número inmediato después de la asignación indica el año de la aprobación o, en caso de revisión, el año de la última revisión. El número entre paréntesis indica el año de la última re-aprobación. El superíndice epsilon (ϵ) indica un cambio de editorial desde la última revisión o re-aprobación.

1. Alcance

1.1. Este método describe el procedimiento de laboratorio para determinar la tendencia a la separación del polímero en un asfalto modificado bajo condiciones de almacenamiento estático con calentamiento. Los resultados de las pruebas en las muestras preparadas de acuerdo a esta práctica deberán ser usadas como pauta para formular productos o para establecer procedimientos de manipulación de productos. Existen diferencias en los resultados de las pruebas efectuados entre las partes superior e inferior de las muestras, indicando que se tiene un alto grado de incompatibilidad entre el polímero y la base de asfalto.

1.2. Los valores establecidos en unidades SI deberán ser considerados como estándares. Los valores dados entre paréntesis son sólo para información.

1.2. Los valores establecidos en unidades SI son considerados como el estándar.

1.3. *Este estándar no pretende abordar todos los problemas asociados con su uso; esto es responsabilidad del usuario al establecer las condiciones de seguridad y salud apropiadas a las prácticas, así como determinar la aplicabilidad de las limitaciones regulatorias a priori a su uso.*

2. Documentos de Referencia

2.1. *Estándares ASTM:* ²⁶

D36 Método Estándar para Prueba de Temperatura de Ablandamiento de Betún en Etilenglicol (Anillo-balín).

D7175 Método Estándar para Determinación de las Propiedades Reológicas de Asfalto Aglutinante Usando un Reómetro DSR (Dynamic Shear Rheometer).

3. Resumen del Método

3.1. Asfalto modificado en un tubo de aluminio sellado en posición vertical durante 48 h a una temperatura de 163 ± 5 °C (325 ± 10 °F). Al final de este periodo, la partes superior e inferior son separadas y posteriormente sometidas a pruebas experimentales para determinar el grado de separación. Las pruebas hechas para este propósito dependerán del polímero de modificador y del tipo de información deseada por el usuario. Temperatura de Ablandamiento (Método D36) y DSR (Método D7175) son los métodos más empleados para este propósito.

4. Importancia y Aplicaciones

4.1. Los compradores de asfalto modificado con polímero necesitan procedimientos para el apropiado almacenamiento y manipulación, manteniendo la integridad del material que están comprando. Estas prácticas proporcionan una herramienta importante para entender las características de estos materiales así como para comparar varias fuentes de suministro.

5. Equipo

5.1. *Tubos de Aluminio*. 25 mm (1 in) de diámetro y de 125 mm a 140 mm (5 a 5.5 in) de longitud, usados para contener la muestra durante las condiciones de calentamiento estático²⁷.

5.2. *Balanza*. Con 0.1 g de Exactitud.

5.3. *Horno*. Capaz de mantener una temperatura de 163 ± 5 °C (325 ± 10 °F).

5.4. *Congelador*. Capaz de mantener una temperatura de -10 ± 10 °C (14 ± 18 °F).

5.5. *Gradilla*. Capaz de sostener los tubos de aluminio en posición vertical en el interior del congelador.

5.6. *Recipientes*. Metal o vidrio, de 100 ± 20 mL (3 oz).

5.7. *Martillo y Herramienta de Corte*. La herramienta de corte deberá ser rígida y con el suficiente filo para permitir un corte con la muestra cuando ésta se encuentre a baja temperatura.

Nota 52. La herramienta conocida como "Herramienta de Pintor 6 en 1" ha sido encontrada como ideal para este propósito.

6. Procedimiento

6.1. Colocar el tubo de aluminio en la gradilla con el extremo sellado abajo, o sostenerlo de otra forma en posición vertical.

6.2. Si la muestra no se encuentra caliente, calentar en el horno a 163 ± 5 °C (325 ± 10 °F) hasta que sea lo suficientemente fluida para ser vertido. Agitar la muestra completamente y verter 50 ± 0.5 g en el tubo de aluminio. Dependiendo del tipo de tubo empleado, ya sea doblando el exceso de tubo más de dos veces y sujetar firmemente, atornillar la tapa, insertar la tapa cubierta de aluminio, o sellar de alguna otra forma para prevenir la presencia de aire.

6.3. Colocar el tubo sellado y montado en el horno a 163 ± 5 °C (325 ± 10 °F), se deberán usar otras temperaturas si se considera necesario para garantizar una temperatura homogénea en toda la muestra. mantener el tubo en reposo en el horno por un periodo de 48 ± 1 h. Al final de este periodo, remover el tubo del horno y colocarlo inmediatamente en el congelador a -10 ± 10 °C (14 ± 18 °F), teniendo cuidado de mantener el tubo en posición vertical durante el traslado. Dejar el tubo en el congelador mínimo 4 h para permitir que la muestra se solidifique completamente.

6.4. Remover el tubo del congelador y colocarlo en una superficie plana y dura. Cortar el tubo en tres secciones diferentes de la misma longitud. Un martillo y una herramienta de corte son los utensilios más usados, se pueden usar otras herramientas siempre y cuando permita una separación limpia. Desechar la sección media de asfalto y colocar las partes superior e inferior del tubo en contenedores cubiertos separados. Colocar los contenedores cubiertos en el horno a 163 ± 5 °C (325 ± 10 °F) hasta que el asfalto se torne lo suficientemente fluido para remover las piezas del tubo de aluminio, pero no más de 30 minutos.

6.5. Mezclar las muestras completamente antes de verterlas para efectuarles pruebas comparativas entre las porciones superior e inferior.

7. Palabras Clave

7.1. Asfalto modificado; polímero; separación, almacenamiento.

25 Este método está bajo la jurisdicción del Comité ASTM D04 de Materiales de Rodamiento Vehicular y es responsabilidad directa del Subcomité D04.47 en Pruebas de Distintos Tipos de Asfaltos.

La actual edición fue aprobada en Junio 1, 2005. Publicada en Junio, 2005.

26 Para los Estándares ASTM de referencia, visitar el sitio web ASTM, www.astm.org, o contactar al Servicio al Cliente de ASTM por medio de service@astm.org. Para el "Libro Anual de Estándares ASTM", referir el Resumen del Documento desde la página web de ASTM.

27 Los tubos de aluminio adecuados para este propósito se pueden obtener en R/H Specia & Machine., Inc., P.O. Box 10187. Terre Haute, IN 47801, (812) 232-0781, como Parte No. 100-550; del suministro de laboratorio HMA, 3407 W. Leigh St., Richmond VA 232 (888) 569-0499, como Parte No. SC-4000; o de Freund Container, 11535 S. Central Ave., Alsip, IL, (800) 363-9822 como Parte No. AC15. Si usted es consciente de otros proveedores internacionales, favor de mandar esta información a la Oficina Central de ASTM. Sus comentarios serán tomados en consideración en una reunión del comité técnico.

ASTM (American Society for Testing and Materials) no se hace responsable respecto a la validez de cualquier derecho de patente asociado con cualquier artículo mencionado en este estándar. Los usuarios de este estándar quedan bajo aviso y bajo su propia responsabilidad por la determinación de la validez de cualquier derecho de patente, y el riesgo de infringir dichos derechos.

Este estándar está sujeto a revisión en cualquier momento bajo responsabilidad del comité técnico y deberá de ser revisado cada cinco años, en caso de no ser revisado deberá de ser rea-probado o retirado. Los comentarios para la revisión de este estándar deberán ser enviados a la Oficina Central de ASTM. Dichos comentarios serán tomados en consideración cuidadosamente por el comité técnico. En caso de que usted considere que sus comentarios no fueron tomados en cuenta, deberá hacer sus observaciones al Comité de Estándares ASTM, a la dirección que se muestra a continuación.

Este estándar está registrado por ASTM Internacional, junto con sus derechos, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 194428-2959, United States. Reimpresiones individuales (copia única o múltiple) para este estándar deberán ser obtenidas contactando ASTM a la dirección mencionada o a 610-832-9585 (Teléfono), 610-892-9555 (Fax), o service@astm.org (Correo electrónico); o a través de la página web ASTM (www.astm.org).

Anexo III. Tecnología de Mezclado

Es conveniente el dividir el mezclado según los componentes, como se muestra en la Tabla 0.1. Los conceptos que diferencian los requerimientos de mezclado es la diferencia entre los criterios físicos se usan para determinar el carácter de la mezcla en diferentes zonas del tanque, y distintas definiciones de requerimientos de mezclado pueden basarse en descripciones físicas. Otra forma de clasificarla es de acuerdo al tipo de proceso, químico o de transferencia, en los que la velocidad de transferencia de masa o reacción química son un criterio determinado por estándares de diseño de reactores químicos. (31)

Tabla 0.1. Sistema de Clasificación para Procesos de Mezclado

| Físico | Componentes | Químico |
|------------|----------------------------|---------------------------|
| Mezclado | Mezcla | Reacciones químicas |
| Suspensión | Sólido-Líquido | Disolución, precipitación |
| Dispersión | Gas-Líquido | Absorción de gas |
| Emulsiones | Sólido-Líquido-Gas | Extracción |
| | Líquido-Líquido | |
| | Líquido-Líquido-Sólido | |
| | Gas-Líquido-Líquido | |
| Bombeo | Gas-Líquido-Líquido-Sólido | Transferencia de calor |
| | Movimiento del fluido | |

Los procesos de mezclado de fluidos abarcan tres diferentes zonas de viscosidad que afectan al tipo de flujo y al escalado, y otras dos diferentes escalas dentro de fluido, la macro y la micro (menor a 1 000 μm). Deben ser tomados en consideración tanto el tipo de impulsor y la geometría del recipiente, así como la velocidad y la potencia suministrada al impulsor. Consideraciones similares aparecen para el cambio de escala, y ello implica otro conjunto de consideraciones sobre el mezclado.

Los gradientes de velocidad con respecto a las velocidades medias actúan sobre las partículas de mayor tamaño. Normalmente, se consideran como partículas grandes (agregados) a aquellas de un tamaño superior a 1 000 μm . Aunque no es una definición probada, permite tener una idea de las magnitudes involucradas. Esto define el mezclado a una macroescala. En la región turbulenta estas fluctuaciones a una macroescala pueden originarse por el número concreto de aspas que forman el impulsor. Estas producen las fluctuaciones de velocidad que también pueden operar en la microescala. La potencia aplicada al impulsor se manifiesta en forma de movimiento y calor, por rozamiento viscoso, el cual se manifiesta a nivel microescala.

Para la selección de equipo de acuerdo a las propiedades físicas y químicas de los componentes, se tiene que tener en consideración el cambio de escala, es decir, las diferencias en el patrón de flujo que se tienen cuando se realizan los procesos a una escala piloto o industrial, además de las consideraciones mecánicas que involucran variables como potencia y repercuten en aspectos económicos del proceso.

Existen principios para el escalado que permiten conocer la forma de proceder para cada caso. Usando semejanza geométrica, las variables de la macroescala son las siguientes:

- i. Los tiempos de mezclado y circulación en recipientes de mayor tamaño son siempre superiores respecto a los de menor tamaño.
- ii. La zona del impulsor de máxima velocidad de cizallamiento será mayor en los recipientes de mayor tamaño, pero en la zona de valor medio, será menor, de esta forma no existirá una mayor variación en las velocidades de cizallamiento en tanques industriales.

- iii. Los Reynolds en recipientes de mayor tamaño suelen ser de 5 a 25 veces mayores que en los recipientes de menor tamaño. En los recipientes mayores, se desarrolla un flujo de recirculación desde el impulsor, da vuelta al tanque y retorna al impulsor, el resultado neto se ve en que el tiempo medio de circulación aumenta, aumentando la desviación estándar de los tiempos.
- iv. Normalmente las variaciones por temperatura se vuelven factor importante en unidades grandes, por lo cual es necesario la introducción de serpentines o equipos para la transferencia de calor.
- v. Las consideraciones a microescala siempre dependen de la naturaleza específica de cada proceso, en variables como tensión, calentamiento por fricción, si se presenta burbujeo, etc.
- vi. En la mayor parte de los casos, un proceso necesita un régimen de flujo específico, relativamente independiente del tipo de agitador usado.
- vii. Para construir una unidad piloto semejante a una unidad industrial, se deberá diseñar para alargar el tiempo de mezcla e incrementar la velocidad en la máxima zona de cizallamiento.

En la literatura se pueden consultar diagramas y correlaciones en función del número de Reynolds y el número de potencia, que permiten determinar la potencia necesaria conocida la velocidad y el diámetro del impulsor.

Equipo de Mezcla

Impulsores. Existen distintos tipos de modelos de flujo de mezclado distintos. Los agitadores de *flujo axial* incluyen todos los que tienen palas que forman un ángulo menor de 90° con el plano de rotación. Las hélices (Figura 0.1) y las turbinas de palas o de aspas inclinadas (Figura 0.2) permiten un flujo desprendido del impulsor de 45° aproximadamente y presenta una recirculación que retorna hasta la zona central de las palas del agitador.

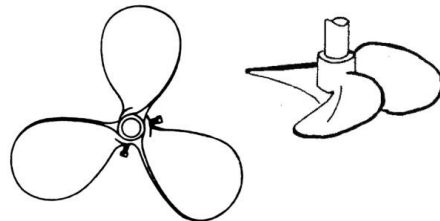


Figura 0.1. Hélice

Este tipo de agitadores pueden colocarse en una posición cercana al fondo y a la pared del recipiente en fluidos de baja viscosidad usados en suspensiones, para evitar sedimentación tal y como se muestra en la Figura 0.3.

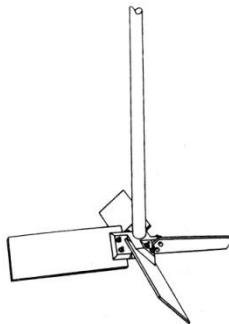


Figura 0.2. Turbina con palas inclinadas

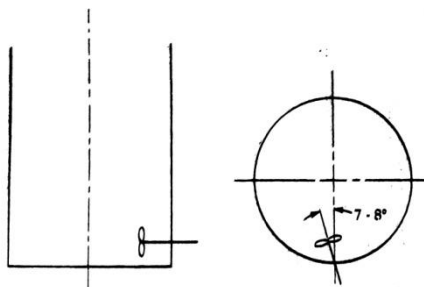


Figura 0.3. Mezclador de hélice con entrada lateral

Los impulsores de *flujo radial* que incluyen turbinas de disco de palas planas (tipo *Rushton*), y turbinas de palas curvas (Figura 0.4), generan un flujo radial para cualquier Reynolds debido a su posición perpendicular respecto al eje. Este tipo de agitador presenta alta velocidad de cizallamiento y baja capacidad e impulsión.

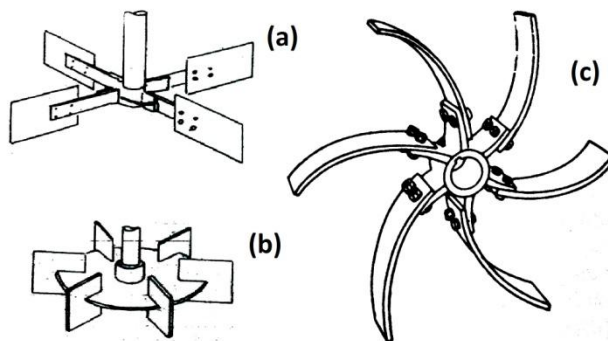


Figura 0.4. (a) Turbina de palas planas. (b) Turbina tipo Rushton. (c) Turbina de palas curvas

Las aspas con cierta curvatura ayudan en el arranque del agitador cuando existen sólidos sedimentados, existen procesos en los que se presenta corrosión de metales, por lo cual se recubren de vidrio, en la Figura 0.5 se muestra una turbina modificada con palas curvas.

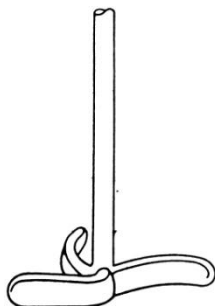


Figura 0.5. Impulsor de acero vitrificado. (The Pfaudler Company)

Existen agitadores denominados agitadores de alta eficacia *hydrofoil* (Figura 0.6), los cuales permiten maximizar el flujo y minimizar la velocidad de cizallamiento. Se clasifican de acuerdo al valor del cociente entre el área total de las palas con respecto al círculo que describe el impulsor. Otro tipo de agitador dentro de esta categoría es el denominado *Prochem Maxflo T*.

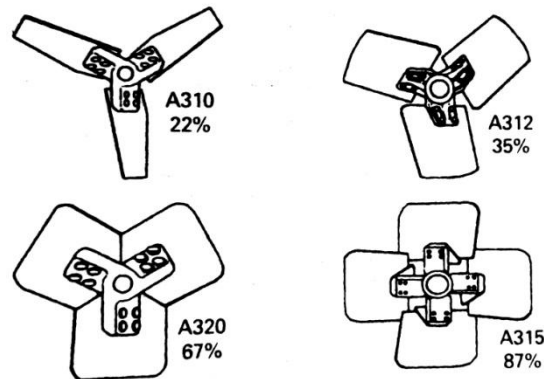


Figura 0.6. Agitadores de palas rígidas con distintas fracciones

Los denominados impulsores de *paso cerrado* tienen dos tipos, el de tipo ancla y el de tipo helicoidal, son agitadores rígidos que trabajan muy cercanos a la pared del recipiente y son particularmente eficaces para fluidos pseudoplásticos, donde el flujo es más efectivo que con los impulsores del tipo abierto debido a que hay fluidos que tienden a adherirse a las paredes del recipiente a causa de gradientes de temperatura. Los de tipo ancla son el análogo a los impulsores de flujo radial, mientras que los de tipo helicoidal son el equivalente a los impulsores de flujo axial.

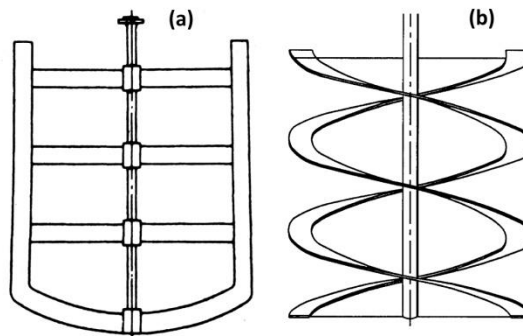


Figura 0.7. (a) Agitador tipo ancla. (b) Agitador tipo helicoidal

Deflectores. Si se agita un líquido de baja viscosidad en un tanque sin deflectores montado en forma axial, independientemente del tipo de impulsor que se use habrá una tendencia a que se desarrolle un flujo en remolino. En la Figura 0.8 se muestra un patrón habitual de flujo, se produce un vórtice debido a la fuerza centrífuga que actúa sobre el líquido que gira. La presencia del vórtice produce un proceso de mezclado satisfactorio, sin embargo, hay límites de velocidad en los cuales puede utilizarse, puesto que el vórtice puede llegar a la zona del agitador, lo que implica una gran entrada de aire, además de que se genera una onda oscilante en el recipiente que, acoplada a la profundidad del vórtice puede generar inestabilidad mecánica en el recipiente.

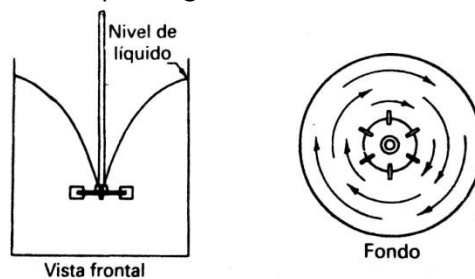


Figura 0.8. Patrón de flujo en un tanque sin deflectores

Se pueden obtener velocidades más elevadas de circulación vertical montando un impulsor excéntrico, se pueden usar turbinas o hélices, la colocación es crítica puesto que una excentricidad excesiva puede provocar vórtices erráticos y tensiones elevadas sobre el eje de giro (Ver Figura 0.9).



Figura 0.9. Patrón de flujo para una hélice en posición angular y excéntrica sin deflectores

Para la agitación vigorosa de suspensiones se instalan deflectores, que son bandas planas situadas radialmente a lo largo de la pared del tanque, por lo general se colocan cuatro de estos, con una anchura de $1/12$ a $1/10$ del diámetro del tanque. Para la agitación de *slurries*, los deflectores se sitúan con una distancia respecto a la pared del recipiente de la mitad de su anchura, esto para minimizar la acumulación de sólidos. Se usan para Reynolds superiores a 20 000. Para Reynolds de 10 a 10 000 la anchura de deflector puede reducirse a la mitad, y para Reynolds menores a 10, no son necesarios.

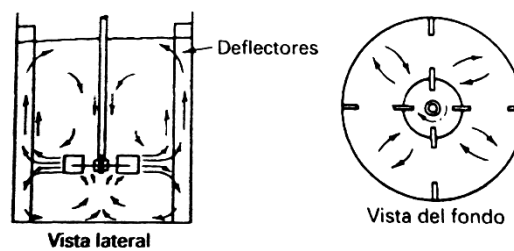


Figura 0.10. Patrón de flujo de un recipiente con reflectores con turbina radial

La utilización de impulsores radiales o axiales genera patrones de flujo muy distintos, como se puede observar en la Figura 0.10 y en la Figura 0.11, sin embargo, dan como resultado una gran recirculación desde los extremos del tanque al impulsor, sin que se formen vórtices ni se ejerzan tensiones no balanceadas.

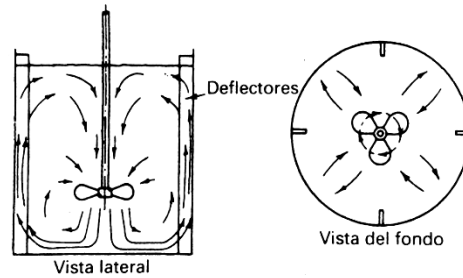


Figura 0.11. Patrón de flujo para un recipiente con deflectores y turbina axial

Número de Reynolds de agitación. La presencia o ausencia de turbulencia en un recipiente agitado mediante un impulsor se puede correlacionar con el número de Reynolds del impulsor (Re_a). El cual se define a continuación.

$$Re_a = \frac{v_r \rho D}{\mu}$$

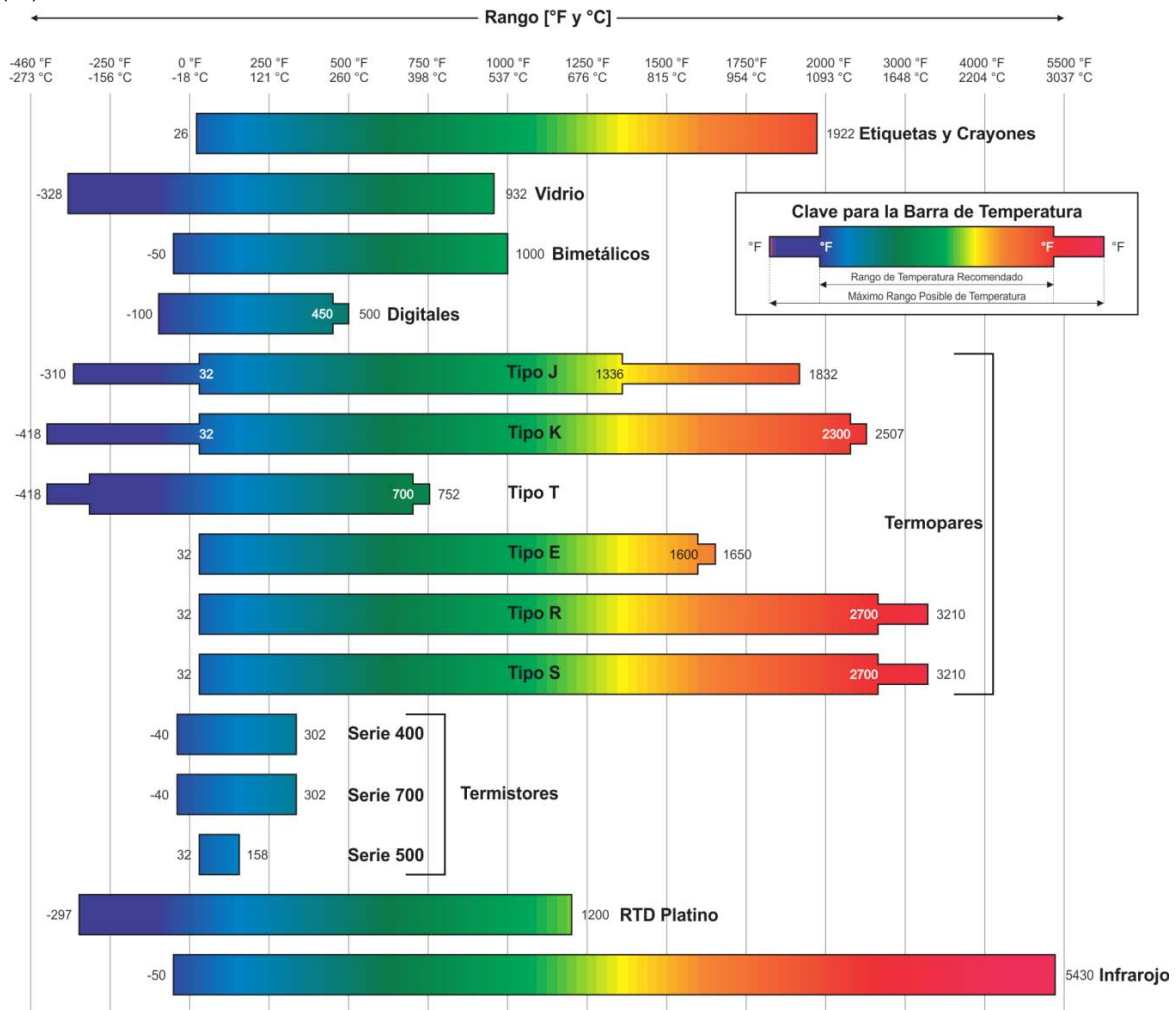
Ecuación 6. Número de Reynolds de Agitación

Donde v_r es la velocidad de rotación, D es el diámetro del agitador, ρ es la densidad del fluido y μ la viscosidad. El flujo en el tanque es turbulento cuando $Re_a > 10\ 000$. Sin embargo, la viscosidad por sí sola, no constituye una indicación válida para el tipo de flujo que se puede esperar. Entre números de Reynolds de 10 y 10 000, existe un intervalo de transición en el que el flujo es turbulento en el agitador y laminar en las partes más alejadas del recipiente, cuando en $Re_a < 10$, el flujo sólo es laminar.

Además del Reynolds, se deben de considerar las características de rendimiento del proceso, el tiempo de mezclado, la capacidad en bombeo del agitador, el consumo de energía del impulsor y los coeficientes de transferencia de masa y calor.

Anexo IV. Guía del Rango de Temperatura de Instrumentos

La exactitud establecida para cualquier dispositivo de medición de temperatura funciona únicamente para el "Rango de Temperatura Recomendado". La sección estrecha de la barra de temperatura representa el máximo rango posible de temperatura que puede ser empleado, sin embargo, la precisión en éste, no se encuentra garantizada. Puede ocurrir daño en el equipo si se trabaja en los extremos de este rango de temperatura. Las temperaturas enlistadas son aproximadas (35).



Exactitudes Típicas

Etiquetas y Crayones: 2 °F.

Vidrio: ± 1 % del Rango; ± 1.0 °F (± 0.5 °C) para modelos trazados de NIST.

Bimetálicos: ± 0.5 % a gran escala.

Digitales: ± 1 % en lectura.

Termopares:

Tipo J, K, y E: Sondas. De ± 1.8 a 7.9 °F ó ± 0.4 % en lecturas por arriba de 32 °F, en cualquier otra es mayor.

Tipo T: Sondas. De ± 0.9 a 3.6 °F ó ± 0.4 % en lecturas por arriba de 32 °F, en cualquier otra es mayor.

Tipo R y S: Sondas. ± 2.5 °F ó 0.25 % en lectura, en cualquier otra es mayor.

Medidores: De ± 0.1 a 1 % en lecturas y ± 1.8 °F (± 1 °C).

Termistores:

Serie 400: Sondas. ± 0.36 °F (± 0.2 °C) de 32 a 167 °F (0 a 75 °C).

Serie 500: Sondas ± 0.2 °F (± 0.1 °C).

Serie 700: Sondas. ± 0.27 °F (± 0.15 °C).

Medidores: De ± 0.2 a 0.4 °F (± 0.1 a 0.2 °F).

RTD Platino:

Sondas: ± 0.2 a 0.35 % en lectura.

Medidores: ± 0.1 % en lectura y ± 1 °F (± °C).

Infrarojo: De ± 1 a 3 % en lector