



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO

---

---

*FACULTAD DE QUÍMICA*

“ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO TERMO-MECÁNICO DE  
ASFALTOS MODELO MODIFICADOS CON UN POLÍMERO  
LINEAL DIBLOQUE DEL TIPO SB”

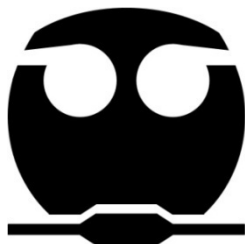
T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

P R E S E N T A:

APÁEZ HERRERA LUIS ALBERTO



MÉXICO, D.F.

2007



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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    | Prof. Rafael Herrera Nájera          |
| Vocal         | Prof. Rodolfo Ruíz Trejo             |
| Secretario    | Prof. Norma Angélica Ortega Villar   |
| 1er. Suplente | Prof. Edtson Emilio Herrera Valencia |
| 2º. Suplente  | Prof. Paola Beatriz González Aguirre |

Sitio en donde se desarrolló el tema:

Facultad de Química, Laboratorio de Polímeros L-213 "UNIPOL"  
Conjunto E UNAM.

Asesor del Tema

Asesor Técnico

---

Rafael Herrera Nájera

---

Rodolfo Ruíz Trejo

Sustentante

---

Apéez Herrera Luis Alberto

## **Agradecimientos**

Gracias Señor.

A mis padres Bernardo y Ma. Luz por darme la vida, por siempre apoyarme y aguantarme tantos años.

Agradezco muy en especial al Doctor Rafael Herrera por brindarme el apoyo para realizar esta tesis, por su guía y paciencia gracias.

Al profesor Rodolfo Ruiz por siempre ayudarme cuando lo necesitaba, por ser una guía para mí, por sus consejos y sobre todo por su amistad gracias.

A todos mis amigos del laboratorio 213, Paola, Eidi, Esteban, Isaac, Alonso, Hugo, profe Rodolfo, Mariano y Yunuel, Graciela, Luis ,Sergio, Victor, Doc Herrera, Danny, Alejandra, Jail, Cristian, Alfonso, Carlos, Itzel, Hendi gracias a todos por su amistad y apoyo.

A mis amigos Angélica, Enrique, Adriana, Alfred, Jeaneth.

Al proyecto PAPIIT IN-103707 de la UNAM por el apoyo otorgado para la realización de este trabajo.

A mis Hermanos Estrella, Lalo y mis sobrinos Ale y Ari.

A mi amigo de siempre Victor y Alicia.

A mis Tíos Barbara y Feliciano, y todos mis primos que siempre me han apoyado en todo lo que he hecho.

A toda mi familia por creer en mí y por su apoyo.

## **Agradecimientos especiales**

Gracias a mis padres (nunca es demasiado para agradecerles todo)

Para Paola "pollo" gracias por tu amistad y cariño por siempre ayudarme en todo.

A Eidi gracias por tu amistad, cariño y por tu alegría.

A Esteban, siempre un amigo incondicional en las buenas y malas gracias hermano.

A Isaac siempre dispuesto a ayudar todos gracias.

A Araceli Gutierrez alguien especial.

A Gabriela gracias por ser decisiva en mi carrera.

A Paola Delgado inolvidable.

A mis amigos de la facultad "reses" Lalo, Jorge, Fabian, Mario, Jesús, Nery, Aldo, Vicente, Alejandro.

Al H. Jurado por el tiempo y paciencia para la revisión de este trabajo.  
Rafael Herrera Nájera, Rodolfo Ruíz Trejo, Norma Angélica Ortega Villar.

# Índice

INDICE DE TABLAS

INDICE DE FIGURAS

NOMENCLATURA

**Resumen**

**Capítulo 1**

1 Introducción.....1

**Capítulo 2**

2.1 Antecedentes.....3

2.2 Asfalto, definiciones.....3

2.3 Agentes Modificadores.....7

2.4 El Polímero.....9

2.4.1 Copolímeros estireno-butadieno.....9

2.5 Modelo Micelar del Asfalto.....11

2.6 Asfalto Modificado.....13

2.6.1 Asfalto Modificado con polímero.....13

2.7 Segregación del Asfalto.....15

**Capítulo 3**

3.1 Objetivo Principal.....16

3.2 Hipótesis.....16

**Capítulo 4 *Desarrollo Experimental***

4.1 Separación del Asfalto.....17

4.2 Reconstitución del Asfalto.....21

4.2.1 Procedimiento Experimental (reconstitución del asfalto).....22

4.3 Determinación de la cantidad de Asfaltenos para la  
Reconstitución del asfalto.....23

4.3.1 Determinación de la cantidad de Maltenos para la  
Reconstitución del asfalto.....24

4.4 Caracterización del Polímero.....25

4.5 Microscopía de Fluorescencia.....26

4.6 Cromatografía de Permeación en Gel (GPC).....28

|  |    |
|--|----|
| 4.7 Calorimetria Diferencial de Barrido.....                   | 30 |
| 4.8 Adición del Polímero al Asfalto (Modificación).....        | 34 |
| 4.9 Prueba de segregación.....                                 | 35 |
| <b>Capítulo 5. Caracterización del Asfalto Modificado (AM)</b> |    |
| 5.1 Prueba de Penetrabilidad (PE) ASTM D5.....                 | 36 |
| 5.2 Prueba Temperatura de Ablandamiento (TA) ASTM D36.....     | 39 |
| <b>Capítulo 6 Análisis de Resultados</b>                       |    |
| 6.1 Resultados de PE.....                                      | 42 |
| 6.2 Resultados de TA.....                                      | 43 |
| 6.3 Observaciones.....   | 44 |
| 6.4 Análisis e Interpretaciones.....                           | 45 |
| 6.5 Micrografías de fluorescencia.....                         | 47 |
| 6.6 Resultados de PE realizados a los AM segregados.....       | 50 |
| <b>Capítulo 7</b>  |    |
| Conclusiones.....  | 52 |
| <b>Capítulo 8</b>  |    |
| Aclaraciones.....  | 54 |
| <b>Capítulo 9</b>  |    |
| Bibliografía.....  | 55 |
| <br>   |    |
| Apéndice I GPC.....  | 57 |
| Apéndice II DSC.....   | 58 |
| Apéndice III Normas ASTM.....                                  | 59 |
| Apéndice IV Gráficas individuales.....                         | 70 |

## Índice de Tablas y Gráficas

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Tabla 1.</b> Composición Genérica del Asfalto.....  | 6         |
| <b>Tabla 2.</b> Características del Polímero utilizado.....  | 14        |
| <b>Tabla 3.</b> Resultados de Caracterización de PE de los asfaltos.....   | 43        |
| <b>Tabla 4.</b> Resultados de Caracterización de TA de los asfalto.....  | 44        |
| <b>Tabla 5.</b> <i>Resultados de la segregación (cabeza) con 5% de polímero del AM en hielo.....</i>   | <i>50</i> |
| <b>Tabla 6.</b> <i>Resultados de la segregación (cola) con 5% de polímero del AM en hielo.....</i>   | <i>51</i> |
| <b>Tabla 7.</b> <i>Resultados de la segregación (cabeza) con 10% de polímero del AM en hielo.....</i>  | <i>51</i> |
| <b>Tabla 8.</b> <i>Resultados de la segregación (cola) con 10% de polímero del AM en hielo.....</i>  | <i>51</i> |
| <b>Gráfica.1</b> <i>Penetración (1/10mm, ASTM D5-97) de asfaltos con diferente composición (5%, 10%, 20%, 25%, y 28% en peso de Asfaltenos), tanto solos como modificados con diferentes cantidades (5% y 10% en peso) de copolímero SB.....</i>                 | <i>42</i> |
| <b>Gráfica 2.</b> <i>Temperatura de Ablandamiento (° C, ASTM D36-95) de asfaltos con diferente composición (5%, 10%, 20%, 25%, y 28% en peso de Asfaltenos), tanto solos como modificados con diferentes cantidades (5% y 10% en peso) de copolímero SB.....</i> | <i>43</i> |



## Índice de Figuras

|                  |  |    |
|------------------|--|----|
| <b>Figura.1</b>  | Modelo de la estructura Química de un Asfalteno.....   | 6  |
| <b>Figura.2</b>  | Cadenas Alifáticas del asfalto.....  | 7  |
| <b>Figura.3</b>  | Modelo Micelar del Asfalto.....  | 12 |
| <b>Figura.4</b>  | Separación de fases del Asfalto al ser tratado con<br>n-heptano y una Temperatura de 85°C aprox..... | 19 |
| <b>Figura.5</b>  | Reactor de trabajo, es solo una representación.....  | 20 |
| <b>Figura.6</b>  | Esquema representativo del DSC.....  | 31 |
| <b>Figura.7</b>  | Punto de Temperatura de transición vítrea.....   | 31 |
| <b>Figura.8</b>  | Temperatura de Cristalización.....   | 33 |
| <b>Figura.9</b>  | Tubos para realizar la segregación .....   | 35 |
| <b>Figura.10</b> | Charola de aluminio para realizar la prueba de PE.....   | 37 |
| <b>Figura.11</b> | Aparato para medir la PE.....  | 38 |
| <b>Figura.12</b> | Aguja estándar para prueba de penetración.....   | 39 |
| <b>Figura.13</b> | Arreglo del aparato para determinar la TA.....   | 40 |
| <b>Figura.14</b> | Dimensiones del anillo empleado para determinar<br>la temperatura de ablandamiento.....              | 41 |
| <b>Figura.15</b> | Porta anillos.....   | 41 |
| <b>Figura.16</b> | Micrografía del Ac5 H5.....  | 47 |
| <b>Figura.17</b> | Micrografía del Ac10 H5.....   | 47 |
| <b>Figura.18</b> | Micrografía del Ac20 H5.....   | 47 |
| <b>Figura.19</b> | Micrografía del Ac25 H5.....   | 47 |
| <b>Figura.20</b> | Micrografía del Ac28 H5.....   | 48 |
| <b>Figura.21</b> | Micrografía del Ac5H10.....  | 48 |

|   |    |
|---|----|
| <b>Figura.22</b> Micrografía del Ac10H10.....                           | 48 |
| <b>Figura.23</b> Micrografía del Ac20H10.....                           | 48 |
| <b>Figura.24</b> Micrografía del Ac25H10.....                           | 48 |
| <b>Figura.25</b> Micrografía del Ac28H10.....                           | 49 |
| <b>Figura.26</b> Micrografía de la segregación del Asfalto Ac28H5.....  | 49 |
| <b>Figura.26</b> Micrografía de la segregación del Asfalto Ac25H10..... | 49 |

## NOMENCLATURA

|                        |  |
|------------------------|--|
| <b>AcXHx</b>           | Composición de asfaltenos (X), % de polímero (x) |
| <b>PE</b>              | Penetración                                      |
| <b>TA</b>              | Temperatura de Ablandamiento                     |
| <b>AM</b>              | Asfalto Modificado                               |
| <b>SB</b>              | Estireno Butadieno                               |
| <b>ASTM</b>            | Sociedad Americana de Pruebas y Materiales       |
| <b>RPM</b>             | Revoluciones por minuto                          |
| <b>AC´S</b>            | % de asfaltenos                                  |
| <b>n-C<sub>7</sub></b> | n Heptano  |
| <b>GPC</b>             | Cromatografía de Permeación en Gel               |
| <b>SEC</b>             | Cromatografía de Exclusión de Tamaños            |
| <b>DSC</b>             | Calorimetría Diferencial de Barrido              |
| <b>20x</b>             | Hace referencia a 200 aumentos                   |
| <b>Mn</b>              | Peso Molecular Numeral Promedio                  |
| <b>Mw</b>              | Peso Molecular Ponderal Promedio                 |
| <b>THF</b>             | Tetrahidrofurano                                 |
| <b>Tg</b>              | Temperatura de Transición Vítrea                 |
| <b>Tc</b>              | Temperatura de Cristalización                    |

## RESUMEN

En el presente trabajo se estudió el comportamiento de las propiedades termo-mecánicas que presentan asfaltos reconstituidos a partir de asfaltenos y maltenos, componentes obtenidos empleando asfalto AC20 de Salamanca, el cual cuenta originalmente con 20% de asfaltenos. Los asfaltos reconstituidos contienen 5%, 10%, 25% y 28% de asfaltenos y en cada caso, modificados con polímero al 5% y 10%. Estos asfaltos fueron caracterizados y clasificados según sus propiedades y características por los siguientes métodos: Penetración, Temperatura de Ablandamiento, Métodos reportados en ASTM D3686, D5 y D1084 y por Microscopia de Fluorescencia. Además, estos asfaltos se sometieron a una prueba de Segregación para estudiar la posible separación de las fases, aplicando nuevamente las caracterizaciones antes mencionadas.

La modificación de estos asfaltos se llevó a cabo bajo las siguientes condiciones de trabajo: temperatura de 180°C, presión atmosférica, velocidad de agitación de 250 RPM, y tiempo total de mezclado de 4h.

Las anteriores caracterizaciones demostraron que la variación en la concentración de asfaltenos da como resultado generalmente el aumento en la temperatura de ablandamiento. En el caso de la penetración, los valores disminuyen, y en el análisis por microscopia de fluorescencia se observa una mejor distribución del polímero lineal comparado con un polímero del tipo estrella reportado en otros trabajos; así como también la formación de estructuras del polímero con el asfalto (fase malténica).

En el caso de la segregación, se analizaron únicamente las partes superior e inferior de este asfalto desechándose la parte del centro. En lo sucesivo, se denominará a la parte superior "cabeza" y a la parte inferior "cola", estas muestras fueron caracterizadas con las técnicas antes mencionadas.

## **Introducción**

Este trabajo es un complemento de trabajos que se han realizado y se realizan en el laboratorio 213 del conjunto E "UNIPOL" en el ámbito de modificación de asfalto con polímeros. Se eligió este tema para conocer el comportamiento térmico y mecánico de asfaltos con diferente composición cuando se les incorpora un tipo específico y cantidad definida de polímero.

Cuando se habla de asfalto inmediatamente nos viene a la mente su aplicación en las carreteras o en la impermeabilización, sin embargo, pocas veces nos ponemos a reflexionar de dónde proviene, de qué está compuesto, si se aplica tal cuál en las carreteras, o mucho menos de cuáles son sus propiedades termo-mecánicas y cómo se pueden modificar estas propiedades.

El asfalto que se utilizó en este trabajo proviene de Salamanca, Guanajuato. Este material viscoelástico está compuesto por diversos componentes en su mayoría por asfaltenos y maltenos los cuales llevan el mayor peso de las propiedades del asfalto.

La importancia y relevancia de los estudios que se han realizado acerca de modificación de asfalto, es el conocer y encontrar las mezclas asfálticas idóneas para las diferentes regiones geográficas ya que las propiedades del bitumen dependen de la temperatura. Debido a que el asfalto posee pobres propiedades termo-mecánicas éste se modifica con polímeros de estireno-butadieno y otros materiales mejorándose con ello notablemente sus propiedades.

Las variables a considerar a la hora de modificar el asfalto son:

- Temperatura
- Velocidad de Mezclado
- Tamaño de partícula del polímero
- Tiempo de mezclado
- Naturaleza del Asfalto
- Cantidad agregada de polímero

Las ventajas de utilizar asfalto modificado como material de pavimentación son muchas, como se refiere en diferentes estudios <sup>(1)</sup>, las propiedades del asfalto son mejoradas a tal grado que se logra una disminución de 500% aproximadamente de la cantidad de asfalto requerido por tramo de carretera respecto a un asfalto no modificado. Otras ventajas son la durabilidad, la reducción de acanalamiento y la estabilidad.

A pesar de los beneficios que implica utilizar asfalto modificado, éste no se aplica suficientemente en el encarpetamiento de las carreteras en México por razones no muy claras, pero los estudios que se realizaron y se realizan en este tema tienen la finalidad de respaldar los beneficios que trae consigo el utilizar este tipo de mezclas y que tal vez en un futuro puedan aplicarse a gran escala.

## 2. Antecedentes

### 2.1 Definiciones

Asfalto: El crudo de petróleo es una mezcla de distintos hidrocarburos que incluyen desde gases muy livianos como el metano hasta compuestos semisólidos muy complejos. Para obtener éste, deben separarse entonces las distintas fracciones del crudo de petróleo por destilaciones que se realizan en las refinerías de petróleo. El asfalto está constituido por una fina dispersión coloidal de asfaltenos y maltenos. Los maltenos actúan como la fase continua que dispersa a los asfaltenos.

Las propiedades físicas de los asfaltos obtenidos por destilación permiten a los mismos ser dúctiles, maleables y reológicamente aptos para su utilización como materias primas para elaborar productos para el mercado vial. El asfalto es una sustancia sólida ó semisólida según el ambiente, pegajosa, de color café oscuro; aunque existen yacimientos naturales, la mayoría de asfalto que se utiliza en el mundo es un derivado de la destilación del petróleo, se obtiene al destilar éste y lo que queda en el fondo como "desecho" es lo que llamamos asfalto.

La mayor utilidad que se le da a este material es como ya se mencionó para el encarpentamiento de carreteras. Para asfaltar los caminos el asfalto se mezcla con gravilla con el fin mejorar su resistencia a la carga vial, sin embargo, esto no es suficiente ya que a temperaturas muy bajas y grandes esfuerzos el asfalto presenta gran dureza pero es quebradizo y por otro lado al ser sometido a temperaturas altas presenta "ahuellamiento" al someterse a cargas prolongadas y pesadas.

Además su viscosidad decae a causa de la temperatura, por lo que ésta deformación es permanente y no regresa a su estado original.

Composición química: Conocer la constitución y composición química de los asfaltos es de mucha utilidad, de esta manera es posible controlar sus propiedades físicas y así obtener un mejor funcionamiento en la pavimentación. Igual que el petróleo crudo, el asfalto, es una mezcla de numerosos hidrocarburos parafínicos, aromáticos y compuestos heterocíclicos que contienen azúfre, nitrógeno y oxígeno; casi en su totalidad solubles en sulfuro de carbono. La mayoría de los hidrocarburos livianos se eliminan durante el proceso de refinación, quedando en el fondo los más pesados y de moléculas más complejas. Al eliminar los hidrocarburos más ligeros de un crudo, los más pesados no pueden mantenerse en disolución y se van aglomerando a las partículas coloidales ya existentes, aumentando su volumen, dependiendo de la destilación que se les dé. Las moléculas más livianas constituyen el medio dispersante o fase continua.

Los hidrocarburos constituyentes del asfalto forman una solución coloidal en la que un grupo de moléculas de los hidrocarburos más pesados (asfaltenos) están rodeados por moléculas de hidrocarburos más ligeros (resinas), sin que exista una separación entre ellas, sino una transición, finalmente, ocupando el espacio restante se encuentran los aceites. Un concepto más amplio sobre la constitución del asfalto es que este consta de tres componentes mayoritarios. El primero se describe como una mezcla de asfaltenos que son moléculas complejas de alto peso molecular, insoluble en hidrocarburos parafínicos y soluble en compuestos aromáticos como el benceno.



El segundo componente descrito es una mezcla de resinas y el tercero aceite mineral. Estos tres constituyen un sistema coloidal como el explicado anteriormente. Los asfaltenos cargan con la responsabilidad de las características estructurales y de dureza de los asfaltos, las resinas le proporcionan sus propiedades aglutinantes y los aceites la consistencia adecuada para hacerlos trabajables. Los asfaltos contienen fracciones bituminosas insolubles en parafinas. Como ya se dijo, cerca del 90 al 95% del peso del asfalto esta compuesto por carbono e hidrógeno, o lo que se había denominado como hidrocarburos.

Propiedades físicas: El asfalto es un material aglomerante, resistente, muy adhesivo, altamente impermeable y duradero; capaz de resistir altos esfuerzos instantáneos y fluir bajo acción de calor o cargas permanentes, Componente natural de la mayor parte de los petróleos en los que existe en disolución y que se obtiene como residuo de la destilación al vacío del crudo pesado. Es una sustancia plástica que da flexibilidad controlable a las mezclas con las que se le combina usualmente. Su color varía entre el café oscuro y el negro; de consistencia sólida, semisólida o líquida, dependiendo de la temperatura a la que se exponga o por la acción de disolventes de volatilidad variable o por emulsificación <sup>(13)</sup>.

Composición General del Asfalto: El asfalto tiene un peso molecular de entre 50 y 2000 g/mol, formado principalmente por C, H, O, S, Ni, Fe y V, esta composición varia de 5 a 20% en peso.

El asfalto consta de 20 a 150 carbonos con la siguiente composición genérica <sup>(2)</sup>:

Tabla.1 Composición genérica del Asfalto

| <b>Componente</b> | <b>% de Componentes</b> |
|-------------------|-------------------------|
| Carbono           | 80 - 85                 |
| Hidrógeno         | 10                      |
| Oxígeno           | 2 - 8                   |
| Sulfuros          | 1 - 7                   |

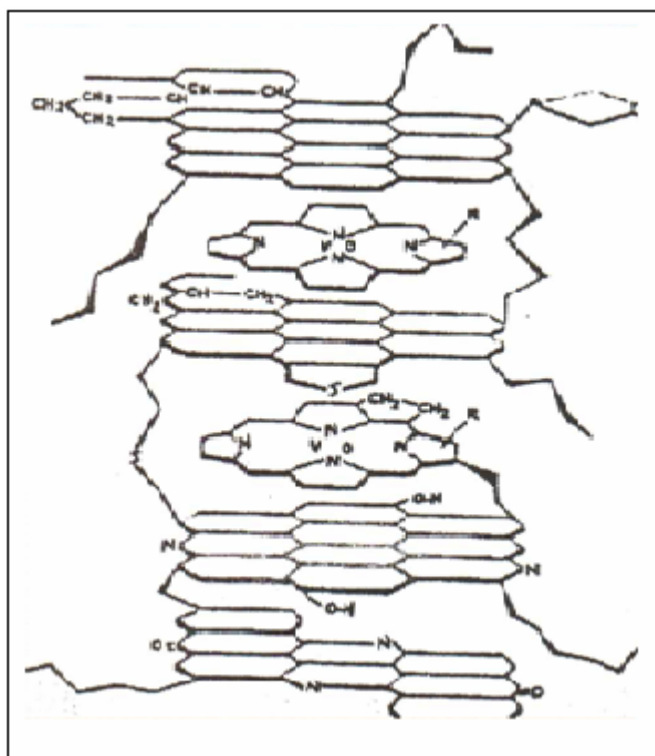


Fig. 1 Modelo de la estructura Química de un asfalteno

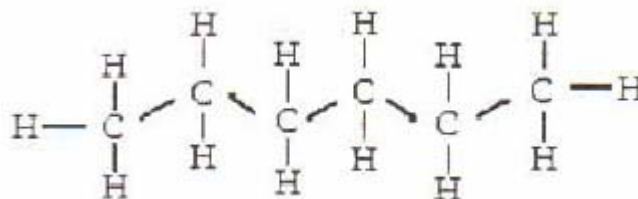


Fig. 2 Cadenas alifáticas del asfalto contenidas en la fase malténica

### 2.3 Agentes Modificadores

A partir de que se descubrió que las propiedades del asfalto se pueden mejorar al agregarle algún material, se han llevado a cabo diversos estudios para encontrar el mejor agente modificador, el cual tiene que ser de fácil manejo, de bajo costo y que obviamente mejore considerablemente las propiedades del material.

De acuerdo con el tipo de polímero que se incorpore al asfalto, este adquiere diferentes propiedades. Existen diversos tipos de polímeros, como el polietileno, polipropileno, poli-cloruro de vinilo, poli-estireno y etileno vinil acetato (EVA) los cuales son los principales polímeros termoplásticos que han sido examinados para la utilización como modificadores de ligantes asfálticos <sup>(13)</sup>.

Con todos los anteriores polímeros ya se ha experimentado obteniendo diversos resultados, pero los polímeros que han demostrado ser los mejores para la incorporación en el asfalto son los denominados SB

“Styrene Butadiene” por sus siglas en inglés, estos copolímeros estirénicos dibloque se pueden obtener mediante una sucesiva operación secuencial de polimerización del estireno-butadieno; en este trabajo se utilizó específicamente un polímero lineal dibloque del tipo “SB”, no hidrogenado.

Antes de utilizar estos polímeros para modificar el asfalto, en las primeras modificaciones se utilizaban diversos materiales para lograr los efectos deseados en el asfalto, se utilizaban materiales tan diversos como asbestos, fillers especiales, fibras vegetales, minerales y cauchos <sup>(13)</sup>.

Después de experimentar con todos los materiales mencionados y haber analizado los resultados obtenidos, se llegó a la conclusión de que los mejores modificadores para él y con los que se obtenían las mejores propiedades para el asfalto fueron como mencionamos los polímeros SB, siendo éstos los más utilizados para la modificación del asfalto ya que estos hules confieren ciertas propiedades al asfalto que los hacen óptimos para su utilización al proveer de características como recuperación elástica, de aumento de la temperatura de ablandamiento, disminución de la penetración (aunque no en todos los casos), entre otras propiedades.

## 2.4 El Polímero

Los polímeros se producen por la unión de cientos de miles de moléculas pequeñas denominadas monómeros que forman enormes cadenas de las formas más diversas. Algunas parecen fideos, otras tienen ramificaciones, otras, globos, etc. Algunas se asemejan a las escaleras de mano y otras son como redes tridimensionales <sup>(16)</sup>. Los polímeros sintéticos son mezclas de macromoléculas con estructura y composición similares pero de diferente tamaño. La mayoría de los procesos de polimerización producen polímeros con cierta distribución de pesos moleculares, la cual está gobernada por la naturaleza aleatoria de reacción de terminación; la distribución del peso molecular corresponde a la llamada distribución más probable

$$\text{probable } \frac{M_w}{M_n} = 1.0$$

### 2.4.1 Copolímeros estireno-butadieno

#### Síntesis de copolímeros en bloque

Una aplicación muy importante de la polimerización viviente, es la síntesis de copolímeros por la adición secuencial de monómero <sup>(3,4)</sup>.

Éstos son los hules sintéticos que han sustituido prácticamente en su totalidad al natural, en algunas aplicaciones como las llantas para automóviles, entre otras

Otra de las variables que determinan las propiedades del polímero es el peso molecular. En la polimerización viviente el peso molecular puede ser controlado por la estequiometría de la reacción y el grado de conversión<sup>(5)</sup>, El peso molecular en número, ( $M_n$ ), puede ser calculado mediante la ecuación siguiente:

$$M_n = \text{gramos de monomero} / \text{moles de iniciador}$$

En un grado intermedio de conversión, el peso molecular promedio es proporcional a los gramos de monómero consumidos:

$$M_n = \text{gramos de monomero consumido} / \text{moles de iniciador}$$

Esta posibilidad de controlar el peso molecular presupone que el iniciador es lo suficientemente reactivo para ser consumido completamente en la reacción de iniciación, antes de que llegue al consumo del monómero, <sup>(3,4)</sup>

Los hules sintéticos contienen un 25% de estireno y un 75% de butadieno; sus aplicaciones incluyen en orden de importancia:

- Llantas
- Espumas
- Empaques
- Suelas para zapatos
- Aislamiento de alambres y cables eléctricos
- Mangueras

Los copolímeros de estireno-butadieno con mayor contenido de butadieno, hasta de 60%, se usan para hacer pinturas y recubrimientos ahulados. Para mejorar la adhesividad, en ocasiones se incorpora el ácido acrílico o los ésteres acrílicos, que elevan la polaridad de los copolímeros <sup>(17)</sup>.

## **2.5 Modelo micelar del Asfalto**

En general el asfalto concuerda con un sistema micelar multidisperso (J. Stastua) es decir un sistema coloidal complejo de hidrocarburos en el cual es difícil establecer una diferencia entre la fase continua y dispersa.

Su estructura fue descrita por primera vez por Nellensteyn en 1924 cuyo modelo fue mejorado por Pfeiffer y Saal en 1940. El modelo adaptado para configurar la estructura del asfalto se denomina micelar, en el cual existen dos fases: una discontinua (aromática) formada por los asfaltenos, rodeada por una continua llamada fase malténica constituida por resinas y aceites. El modelo explica el papel de los asfaltenos como partículas bituminosas sólidas discretas (negras) de alta viscosidad que proveen elasticidad resistencia y adhesión. Las resinas contenidas en los maltenos son intermediarias en el asfalto, cumplen la misión de homogenizar y compatibilizar a los asfaltenos insolubles. Son fluidas cuando se calientan, frágiles cuando se enfrían; proveen ductilidad (visco-elasticidad), son solubles en la mayoría de los disolventes, y aumentan la fluidez y plasticidad del asfalto. Las resinas y asfaltenos existen como islas flotando en los aceites como se muestra en la figura 3.

El asfalto contiene aproximadamente 90% de hidrocarburos, de los cuales la parte más polar, con mayor aromaticidad y con mayor contribución al peso molecular es la llamada asfáltica y la menos polar es la fase malténica; el resto son trazas de metales como el hierro, níquel, vanadio, calcio, titanio, magnesio, sodio, cobalto, cobre, zinc.

Su estructura esta formada por:

- Asfaltenos
- Alifáticos

También llamados aceitosos

- Aromáticos Nafténicos
- Aromáticos Polares

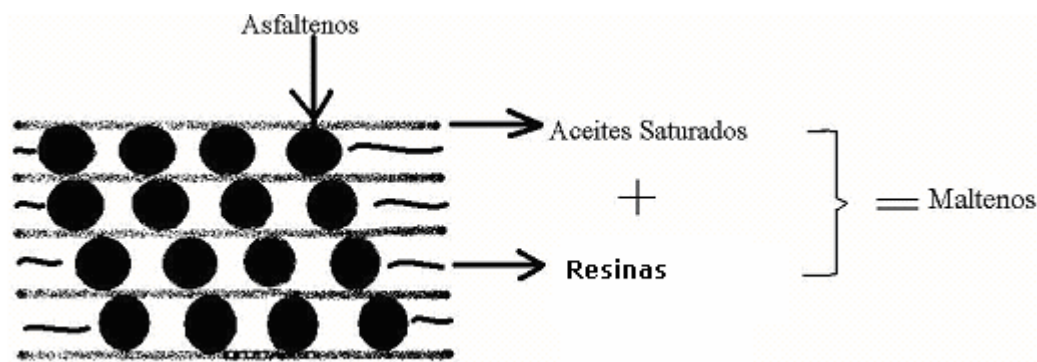


Fig. 3 Modelo micelar del asfalto



## **2.6 ASFALTO MODIFICADO**

El asfalto modificado consiste en una mezcla de dos componentes principales: el agente modificador y el asfalto, la selección del agente modificador se basa tanto en las características del asfalto precursor y el uso final que se le dará al asfalto. El comportamiento que presente dependerá de la naturaleza química del asfalto, características del agente modificador (composición global, distribución monomérica, morfología, pesos moleculares, entre otras) y de las condiciones de producción del asfalto modificado (composición de la mezcla, tiempo, temperatura y velocidad de corte de mezclado). La resistencia mecánica del asfalto modificado dependerá del grado de miscibilidad que se obtenga entre los segmentos de polímero y la fase malténica.

### **2.6.1 Asfalto Modificado con Polímero**

Como hemos visto, para la modificación de asfalto con polímeros se ha considerado al asfalto como un sistema coloidal dinámico con una suspensión de micelas de asfaltenos dispersas en un medio aceitoso de bajo peso molecular (maltenos) como consecuencia, cuando se mezcla el asfalto con un polímero de alto peso molecular se cambia el equilibrio dinámico y se reduce la homogeneidad del sistema. Cuando el polímero se adiciona al asfalto caliente y a baja agitación el primero absorbe los maltenos hinchándose hasta nueve veces su volumen inicial; con un contenido bajo de polímero, menos de 6%, se forman pequeñas esferas las cuales se distribuyen homogéneamente en una fase continua de asfalto y al incrementar el contenido del polímero se provoca una inversión de fases, la fase continua es el polímero y la dispersa es el asfalto.

La viscosidad de los asfaltos modificados a temperaturas altas es relativamente baja, esto permite que las sustancias similares (con estructura y polaridad) formen dominios, que el polímero se hinche y junto con los asfaltenos se da como resultado un sistema inestable, una separación de fases que tiende a sedimentarse. Debido a que la mayoría de los polímeros comerciales son incompatibles con el asfalto, la mezcla de cualquier polímero en un sistema como el asfalto puede resultar en una separación de fases dándose un empobrecimiento en las propiedades originales. Para lograr una compatibilidad con el polímero es necesario tomar en cuenta las características del asfalto origen y la naturaleza del polímero, por ejemplo, para poder mezclar es necesario que el asfalto sea bajo en asfaltenos y tener suficiente contenido de maltenos para disolver el polímero.

La parte asfáltica con la parte polar y con peso molecular alto no interacciona con el polímero e incluso presenta una separación de fases (como se mencionó anteriormente) entre ellos. El caso contrario es el de la fase malténica que tiene una aromaticidad diferente a la de los asfaltenos y es la fase que interactúa con el polímero, sin embargo modificar un asfalto muy bajo en asfaltenos puede dar como resultado una mezcla con pobres propiedades visco elásticas; ya que éstos aportan asociaciones moleculares que contribuyen de manera importante a la resistencia mecánica del material.

*Tabla. 2 Características del polímero utilizado*

| <b>Copolímero</b> | <b>(g/mol)<br/>Mn</b> | <b>Tg<br/>(°C)</b> | <b>Nombre Comercial</b> | <b>Estructura</b> | <b>%Estireno/Butadieno</b> |
|-------------------|-----------------------|--------------------|-------------------------|-------------------|----------------------------|
| 1205              | 9000                  | -85.73             | Solprene                | Lineal            | 60/40                      |

## 2.7 Segregación del Asfalto

En los apartados anteriores hemos hablado de la composición del asfalto, de sus características termo-mecánicas, así como del uso de agentes modificadores para modificar las propiedades del asfalto, pero debemos hablar en esta sección de la compatibilidad que existe entre los componentes del asfalto y los agentes modificadores.

Se sabe que en el asfalto existe una convivencia entre los maltenos y los asfaltenos en donde estos dos componentes son relativamente compatibles entre sí, pero al agregarle algún agente modificador al asfalto en este caso el polímero 1205 y en general todos los polímeros, este elastómero interactúa directamente con los maltenos absorbiéndolos e hinchándose, entonces se da una competencia entre los asfaltenos y el polímero por los maltenos.

La segregación es el efecto de la separación natural entre los componentes del asfalto, este efecto se acelera con la temperatura llegando a su máxima segregación teórica a 180°C en 24 hrs.

### Capítulo 3. Objetivo

3.1 Objetivo Principal: Modificar las propiedades de asfaltos modelo, preparados con una proporción definida de asfaltenos y maltenos mediante la adición de un copolímero lineal Estireno Butadieno SB. Encontrar la mejor mezcla en cuanto a estabilidad termo-mecánica se refiere.

Evaluar los resultados y propiedades de los asfaltos obtenidos utilizando las pruebas descritas en el ASTM, a saber: Penetración, Temperatura de Ablandamiento, Microscopia de fluorescencia y Segregación.

Se llevaron a cabo una serie de mezclas de diferente composición a fin de tener parámetros de comparación entre las diferentes mezclas y poder así evaluar la mejor "formulación".

### 3.2 Hipótesis

Se alterarán las propiedades termo-mecánicas del asfalto al agregarle un copolímero lineal denominado estireno-butadieno 1205. El grado de modificación y estabilidad termo-mecánica, estará influenciado por la relación de asfaltenos y maltenos que tenga el asfalto, así como también por la proporción de polímero y la manipulación experimental que se le dé a las mezclas como:

- Velocidad de mezclado
- Tiempo de mezclado
- Tamaño de partícula del polímero al ser agregado
- Temperatura

## Capítulo 4 Desarrollo Experimental

### 4.1 Separación del Asfalto

Teoría: En la literatura se reportan los métodos para separar el asfalto en sus componentes (maltenos y asfaltenos), este procedimiento se llevó a cabo siguiendo el procedimiento descrito por Rafael Herrera Alonso <sup>(2)</sup> (Tesis de Maestría), además siguiendo las normas ASTM D3279-90 <sup>(6)</sup>, ASTM D4124-86 <sup>(7)</sup> y consiste en lo siguiente:

En un matraz vidrio de bridas esmeriladas con capacidad de 4000mL, se trata una cantidad conocida de asfalto (~350g) con una relación de n-C<sub>7</sub> conocida (10 mL/g de asfalto), el recipiente se coloca en una parrilla de calentamiento con agitación magnética, a la vez que se conecta a un sistema de reflujo.

De acuerdo con el procedimiento ASTM D3279-90 <sup>(6)</sup> – ASTM D4124-86 <sup>(7)</sup>, la mezcla de asfalto y n-C<sub>7</sub> se calienta lentamente hasta una temperatura de 90°C. Es de hacer notar que en nuestro caso, al proceder experimentalmente no se alcanza la temperatura de 90°C debido a que el sistema entra en ebullición a una temperatura de 85°C, esto puede ser debido a la presión atmosférica de la Ciudad de México y la pureza del disolvente; esta temperatura se mantiene durante 2h con agitación continua para obtener una separación de fases. Después de dos horas a reflujo se obtienen dos fases; la parte malténica disuelta en n-C<sub>7</sub> y una fase no soluble en n-heptano, la cual corresponde a la parte asfáltica. El sistema se deja enfriar a temperatura ambiente, luego se procede a separar las dos fases, filtrando a vacío usando un sistema de buchner-

kitasato y papel filtro de filtrado rápido (previamente pesado); los dos recipientes ocupados se enjuagan con n-C<sub>7</sub> limpio, para recuperar el malteno que se pudiera haber quedado en las paredes del recipiente.

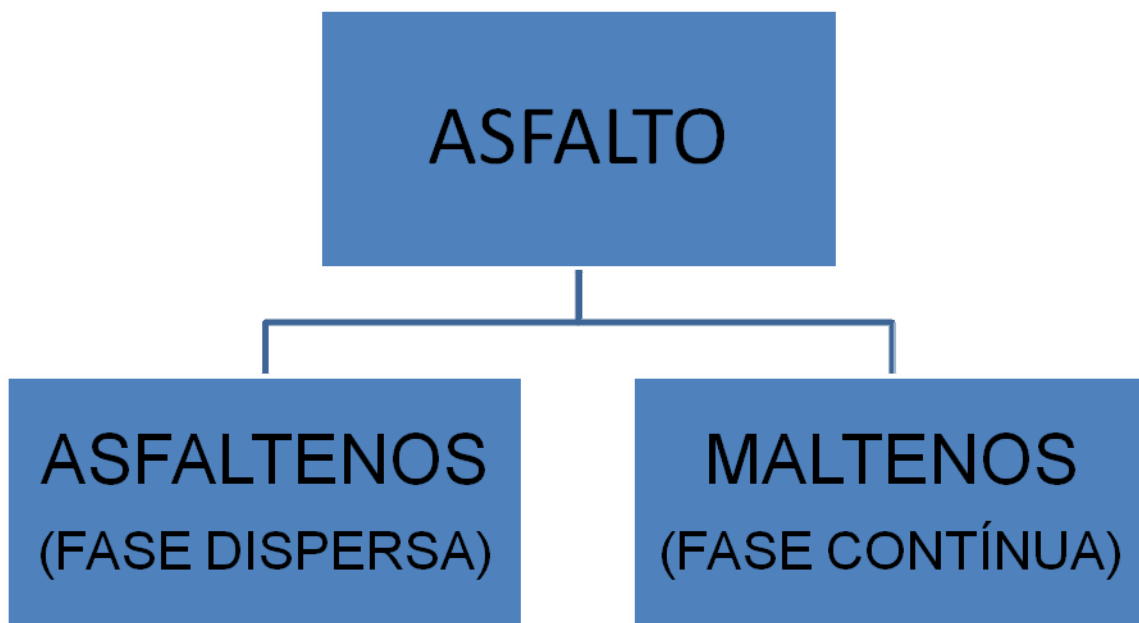
El resultado de esta filtración es la recolección de asfaltenos en el papel filtro y una solución de maltenos disueltos en el n-C<sub>7</sub>. La parte no soluble contenida en el papel filtro se lava varias veces con n-C<sub>7</sub> a fin de eliminar rastros de solución malténica; posteriormente se introduce en una estufa a 110°C durante 24h para obtener los Asfaltenos libres de disolvente. Se registra el peso del papel filtro con los insolubles para cuantificar por gravimetría la cantidad de asfaltenos.

La solución resultante de n-C<sub>7</sub>/maltenos se vuelve a introducir al matraz (previamente enjuagado) y se conecta a un sistema de destilación para obtener el n-C<sub>7</sub> de la solución y así poder obtener la parte malténica del asfalto.

La destilación se lleva a cabo a 85°C aprox. y a presión atmosférica; el n-C<sub>7</sub> se separa como parte del destilado, quedando en el fondo una solución concentrada de maltenos con restos de n-C<sub>7</sub>.

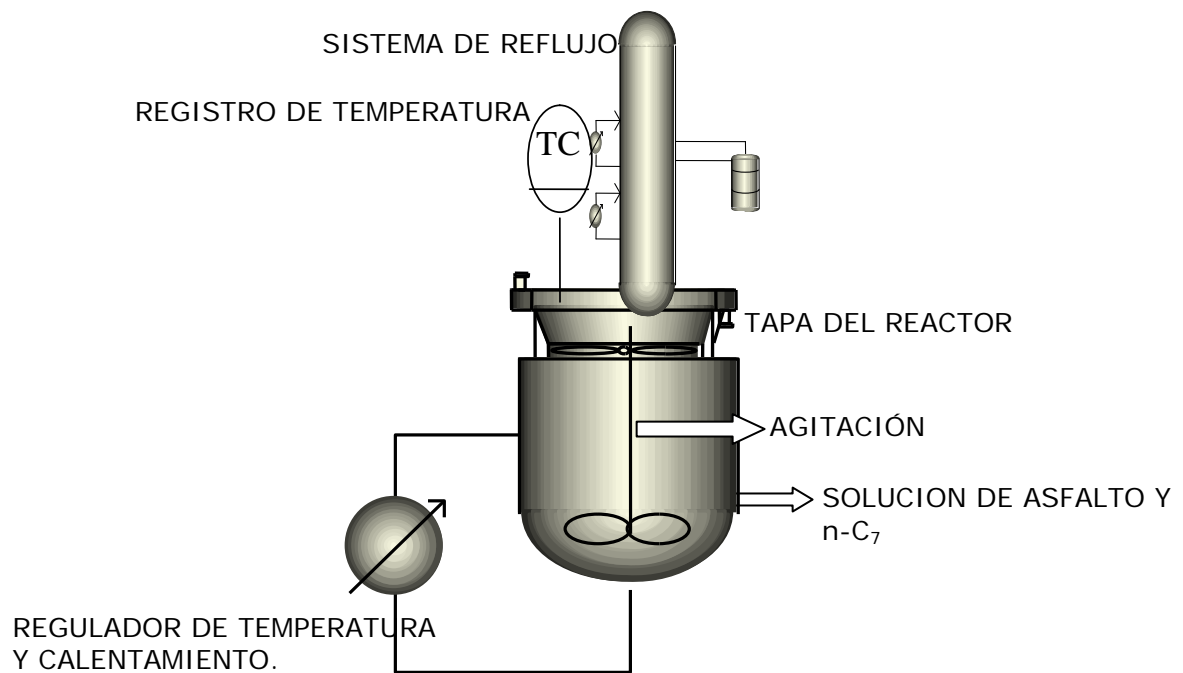
Esta disolución de maltenos se recolecta en charolas de aluminio a fin de tener una gran área superficial expuesta, se les trata en una estufa a 100°C durante un periodo de 12h para eliminar el n-C<sub>7</sub>.

# SEPARACIÓN DEL ASFALTO



*Fig. 4 Separación de fases del asfalto al ser tratado con n-heptano y una temperatura de 85°C aprox.*

*Diagrama representativo del reactor de trabajo*



*Fig. 5 Reactor de trabajo, es solo una representación*



## **4.2 Reconstitución del Asfalto**

Como ya se ha mencionado, las propiedades termo-mecánicas del asfalto pueden ser mejoradas al agregarse algún componente, pero también se ha encontrado que simulando diferentes asfaltos, es decir, que tengan diferentes proporciones de asfaltenos y maltenos (el AC-20 de Salamanca tiene aproximadamente 80% de maltenos y 20% de asfaltenos) se pueden mejorar algunas propiedades como la rigidez del asfalto.

El siguiente paso a realizar después de la obtención de Asfaltenos y maltenos, es llevar a cabo la elaboración de asfaltos modelo variando la composición de maltenos o asfaltenos que serán modificados añadiendo un tipo específico de polímero (lineal o estrella).

Para llevar a cabo la reconstitución del asfalto y poder así simular cualquier tipo de composición asfáltica, se lleva a cabo lo siguiente:

- Se determina qué tipo de asfalto se quiere simular
- Se pesa la cantidad necesaria de asfaltenos (obtenidos de la separación del asfalto), y por separado se pesan los maltenos.
- Se agregan los asfaltenos a los maltenos previamente fundidos, con agitación y temperatura constante
- La mezcla de maltenos, asfaltenos se deja en agitación y calentamiento durante 2 h.

### 4.2.1 Procedimiento experimental para la reconstitución del Asfalto

Una vez que se tiene todo el material para reconstituir el asfalto se procede de la siguiente manera: Se pesa la cantidad suficiente de asfaltenos, para ello, hacemos un balance de materia (explicado en el capítulo 4.3) *Determinación de la cantidad de Asfaltenos para la reconstitución del asfalto*. En una lata de aluminio se coloca la cantidad necesaria de maltenos dependiendo del total de asfalto que se quiera reconstituir, se calientan a 50°C aproximadamente en una bañó de aceite, lo anterior es para evitar la presencia de puntos calientes en nuestra mezcla, al momento que se ha alcanzado la temperatura deseada y con agitación constante, 250 rpm, agregamos poco a poco los asfaltenos previamente pesados y lo más posiblemente granulados, entonces incrementamos la temperatura hasta 180°C y así la mantenemos durante 2 horas.

#### Datos de la lata de Aluminio

Diámetro interno: 8.2cm

Altura: 10cm

#### Datos Técnicos del agitador:

- ° Marca lightNin, lab master™ SI.
- ° Velocidad variable rango de 60 a 1800 rpm.
- ° hp 1/10
- ° Power (kw) 0.08
- ° Voltaje 100 – 127 V
- ° Ciclos por segundo 50/60 Hz.

#### Datos de la Propela:

- ° Super pith.
- ° Impeller 68.5 (2.7")

### 4.3 Determinación de la cantidad de Asfaltenos

Cálculos para la determinación de % de Asfaltenos

(Balance de Materia)

Base de Cálculo 150g de asfalto

Donde X = gramos de Ac20

Y = gramos de Asfaltenos

Balance de Asfaltenos

$$0.2X + Y = 150(0.25)$$

Balance Total

$$X + Y = 150$$

$$Y = 150 - X$$

$$0.2X + (150 - X) = 150(0.25)$$

$$X(0.2 - 1) + 150 = 37.5$$

$$- X 0.8 = 37.5 - 150$$

$$- X 0.8 = 112.5$$

$$X = \frac{112.5}{0.8}$$

$$X = 140.625 \text{ gramos de Ac20}$$

$$Y = 150 - 140.625 = \underline{\underline{9.375 \text{ gramos de Asfaltenos}}}$$

\* Este balance es solo para reconstituir un asfalto al 25%, ha de hacerse el mismo procedimiento para reconstituir un asfalto arriba de 20% de asfaltenos.

### 4.3.1 Determinación de la cantidad de Maltenos

Cálculos para la determinación de % de Maltenos

(Balance de Materia)

Base de Cálculo 150g de asfalto

Donde X = gramos de Ac20

Y = gramos de Maltenos

Balance de Maltenos

$$0.8X + Y = 150(0.95)$$

Balance Total

$$X + Y = 150$$

$$Y = 150 - X$$

$$0.8X + (150 - X) = 150(0.95)$$

$$X(-1 + 0.8) + 150 = 142.5$$

$$X(-0.2) = 142.5 - 150$$

$$X(-0.2) = -7.5$$

$$X = \frac{-7.5}{-0.2}$$

$$X = 37.5 \text{ gramos de Ac20}$$

$$Y = 150 - 37.5 = \underline{\underline{112.5 \text{ gramos de maltenos}}}$$

\* Este balance es solo para reconstituir un asfalto al 5%, ha de hacerse el mismo procedimiento para reconstituir un asfalto abajo de 20% de asfaltenos.

#### 4.4 Caracterización del polímero

En cuanto a la caracterización del polímero se utilizó la cromatografía de permeación en gel (GPC) ó cromatografía de exclusión de tamaños (SEC) como también se le llama, es una técnica que se utiliza para la determinación de pesos moleculares en polímeros de manera no absoluta, Y se basa en el principio de separación de moléculas en una disolución de acuerdo a su tamaño molecular como se explicó anteriormente.

Las muestras en disolución se introducen en una columna empacada con un material poroso y fluye a través de ella por efecto de una fase móvil (disolvente). El principio de la separación se basa en la diferencia de tamaño de las cadenas, pues las cadenas más pequeñas se alojarán en los poros del material de empaque y tardarán más tiempo en salir de la columna que las moléculas con cadenas más grandes, por lo que se puede decir que las columnas son selectivas en relación al tamaño y por consecuencia al peso molecular.

Es importante aclarar en este capítulo que la caracterización del polímero por esta técnica se llevó a cabo únicamente con la finalidad de conocer ciertas características del polímero utilizado en este trabajo, por tal motivo solamente se presentan los resultados obtenidos (elugramas) mediante esta técnica así como el principio elemental del funcionamiento de la técnica GPC presentada más adelante, y de igual manera hará con la técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).

## 4.5 Microscopia de fluorescencia

Cuando se modifica el asfalto con algún agente modificante en este caso con polímero, es importante determinar qué tanto se distribuye este en el asfalto, para ello utilizamos la técnica de microscopia de fluorescencia, ésta utiliza vapor de mercurio, la cual resulta en una luz ultravioleta de onda corta que al incidir en la muestra a analizar revela la parte del polímero y su distribución, ya que esta luz es absorbida por el asfalto y reflejada por el polímero por lo que este último queda expuesto.

Nota: El procedimiento para determinar la distribución del polímero en el asfalto mediante el microscopio es el siguiente:

- Se enciende la computadora
- Se solicita y coloca la llave
- Entrar a Windows
- Entrar al programa presionando el icono KS3000
- Se enciende la lámpara
- Cerciorarse que en la parte superior de la barra están accionados los íconos Display y Galería
- Entrar a Acquire y presionar Input
- En la parte izquierda se despliega una lista:  
Entrar a Acquire y presionar input

Los anteriores pasos han de realizarse cada vez que se encienda el microscopio por primera vez, cuando lo anterior está hecho se coloca la muestra de asfalto en una charola de aluminio de 61mm de diámetro interno y 25mm de altura, aproximadamente 15 a 20cm<sup>3</sup> de AM, se coloca esta charola en el microscopio, se centra el objeto y se comienza a buscar el polímero, cuando se tiene una buena imagen ésta se captura, se guarda en la computadora y se continúa con las demás micrografías.

Para capturar una micrografía se procede como sigue:

- En el cuadro de diálogo de input, se activa live y new; se enfoca la muestra directamente en la pantalla; la palanca del microscopio debe estar hacia afuera.
- Una vez enfocada se presiona Ok y se obstruye el haz.
- Para guardar la micrografía, en la parte izquierda de la pantalla se localiza y presiona image se elige save as y con extensión jpg.

La lámpara solo puede utilizarse máximo 2h y solo ha de encenderse de nuevo después de una hora.

Datos técnicos del microscopio:

Se utilizó un microscopio de la marca Karl Zeiss con una lámpara de luz ultravioleta de 390-420nm, se utilizó un objetivo de 20x y a temperatura ambiente 23-26°C aprox.

#### 4.6 Cromatografía de Permeación en Gel (GPC)

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 derivado de su conformación química, por lo que siempre presentan el mismo peso molecular.

Los polímeros o macromoléculas, en cambio, no tienen un peso molecular único debido a que en realidad son una mezcla de moléculas con diferentes longitudes de cadena lo que provoca que su peso molecular sea un promedio y no un valor absoluto. Por esta razón, los polímeros presentan una distribución de pesos moleculares y la forma de esta distribución dependerá del tipo de proceso y del tipo de polimerización a través de los cuales se sintetizó el polímero. Se han desarrollado diferentes modelos para representar la distribución de pesos moleculares conforme a las características particulares de cada proceso; sin embargo, experimentalmente se pueden determinar algunos de los momentos de la distribución. La cromatografía, es un método físico de separación en el cual los componentes a separar se distribuyen entre dos fases, una de las cuales constituye la fase estacionaria, de gran área superficial, y la otra es un fluido (fase móvil) que pasa a través, o a lo largo de la fase estacionaria.

La fase estacionaria puede ser un sólido o un líquido dispuesto sobre un sólido que actúa como soporte, de gran área superficial. La fase móvil es un fluido (puede ser gas, líquido o fluido supercrítico) que se usa como portador de la mezcla.

Se han desarrollado diferentes modelos para representar la distribución de pesos moleculares conforme a las características particulares de cada



proceso; sin embargo, experimentalmente se pueden determinar algunos de los momentos de la distribución. Entre los más importantes de éstos se encuentran el peso molecular numeral promedio ( $M_n$ ), el cual determina un peso molecular al promediar el número de moléculas de cada peso molecular presentes en la muestra, y el peso molecular ponderal promedio ( $M_w$ ), el cual considera el efecto de la masa de las cadenas en la medición.

El  $M_n$  y el  $M_w$  se calculan con las siguientes fórmulas.

$$M_w = \frac{\sum_{i=1}^{\infty} N_i M_i^2}{\sum_{i=1}^{\infty} N_i M_i} \qquad M_n = \frac{\sum_{i=1}^{\infty} M_i N_i}{\sum_{i=1}^{\infty} N_i}$$

Comercialmente no se necesita conocer toda la distribución y es suficiente saber los valores de  $M_n$  y  $M_w$ , pues con éstos es posible discernir algunas relaciones estructura-propiedad. La relación entre  $M_w$  y  $M_n$  se conoce como la poli-dispersidad, la cual da una representación del ancho de la distribución. Existen diversos métodos para obtener experimentalmente los pesos moleculares promedio. La cromatografía de permeación en gel es un método que permite valorar la distribución de pesos moleculares de forma rápida.

## Datos técnicos de Cromatógrafo

Cromatógrafo de Líquidos HP1090 el cual se encuentra acoplado a un detector de índice de refracción Agilent Serie 1100. El cromatógrafo se encuentra constituido por una fase móvil (en nuestro caso el disolvente THF) y una fase sólida (una columna de poli-estireno entrecruzado).

### 4.7 Calorimetría diferencial de Barrido (DSC).

La calorimetría diferencial de barrido es una técnica que empleamos para estudiar qué ocurre cuando un polímero es calentado. La usamos para analizar lo que llamamos las *transiciones térmicas* de un polímero, las cuales son cambios que tienen lugar en un polímero cuando éste lo calentamos. La fusión de un polímero cristalino es un ejemplo; La transición vítrea es también una transición térmica.

Calentamos nuestros polímeros en un dispositivo similar a el que se presenta mas adelante:

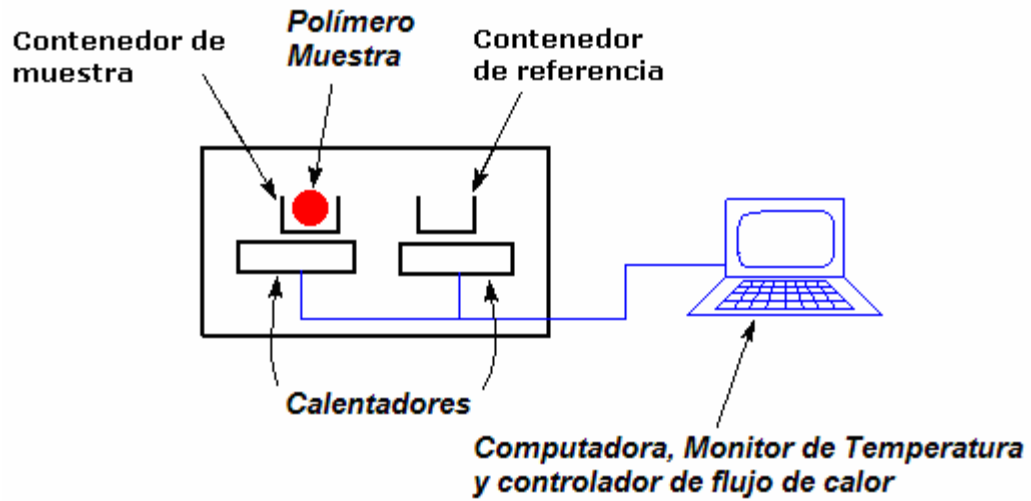


Fig. 6 esquema representativo del DSC

### La Temperatura de Transición Vítre

Mediante DSC podemos averiguar mucho más que la capacidad calorífica de un polímero. Veamos qué ocurre cuando calentamos el polímero un poco más. Luego de una cierta temperatura, nuestra curva dará un brusco salto hacia arriba, como el que se presenta abajo:

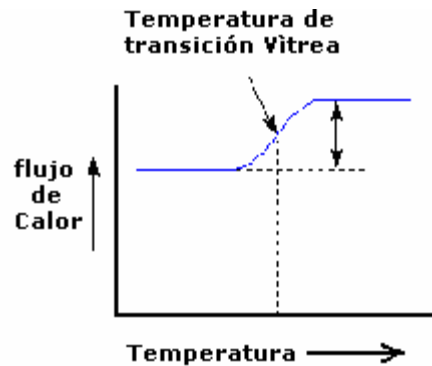


Fig. 7 Punto de Temperatura de Transición Vítre

Esto quiere decir que ahora estamos teniendo un mayor flujo de calor. También significa que hemos obtenido un incremento en la capacidad calorífica de nuestro polímero. Esto sucede porque el polímero ha sufrido la transición vítrea, los polímeros poseen una mayor capacidad calorífica por encima de la temperatura de transición vítrea. Debido a este cambio de capacidad calorífica que ocurre en la transición vítrea, podemos emplear el DSC para medir la temperatura de transición vítrea de un polímero. Se puede apreciar que el cambio no ocurre repentinamente, sino que tiene lugar a través de un intervalo de temperaturas. Esto hace que resulte un poco complicado escoger una  $T_g$  discreta, pero generalmente tomamos como  $T_g$  el punto medio de la región inclinada.

### **Cristalización**

Por encima de la transición vítrea los polímeros poseen una gran movilidad, vibran, tienen torsiones y nunca permanecen en una misma posición durante mucho tiempo. Cuando alcanzan la temperatura adecuada, han ganado la suficiente energía como para adoptar una disposición sumamente ordenada, a la cuál llamamos cristales.

Cuando los polímeros se disponen en esos ordenamientos cristalinos, liberan calor, cuando este calor se pierde, ya no se tiene que agregar más calor para hacer que la temperatura del platillo aumente. Esta caída en el flujo de calor puede verse como una gran depresión en la curva de flujo de calor versus temperatura:

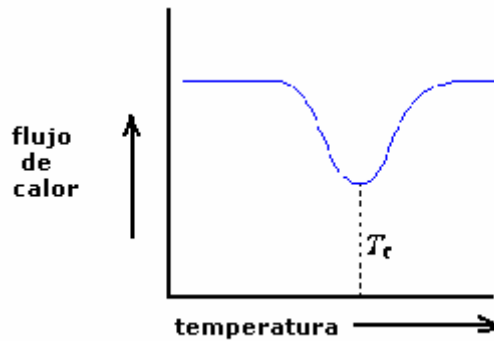


Fig. 8 Temperatura de Cristalización

Esta depresión nos dice muchas cosas. La temperatura en el punto más bajo de la misma, se considera generalmente como la temperatura de cristalización del polímero, o  $T_c$ . También podemos medir el área de la depresión, lo cual nos dará la energía latente de cristalización del polímero. Pero, lo más importante es que, esta depresión nos dice que el polímero de hecho es capaz de cristalizar. Además, dado que el polímero entrega calor cuando cristaliza, decimos que la cristalización es una transición *exotérmica* <sup>(12)</sup>.

#### **4.8 Adición del Polímero al Asfalto (Modificación)**

Para realizar la modificación del asfalto se tomaron en cuenta las siguientes consideraciones, se asignó el polímero 1205 "Solprene" constituido por estireno-butadieno lineal SB ya que no se encuentran reportados estudios previos con este polímero. Los materiales utilizados se mezclaron con el polímero lo más granulado posible y con una agitación moderada para evitar altos esfuerzos de corte; la temperatura de trabajo fue de 180°C, el tiempo para la modificación en cada caso fue de 4 horas. Se prepararon 5 asfaltos modelo (ver cap. 4.2 *Reconstitución del asfalto*), al 5%, 10%, 20%, 25%, 28% de asfaltenos respectivamente, a cada asfalto modelo se le agregó 5% y 10% en peso del polímero ya mencionado, en las tablas 3 y 4 de los capítulos 6,1 y 6.2 se muestran estas relaciones, y los resultados obtenidos de las caracterizaciones posteriores se presentan en las gráficas 1 y 2.

##### Procedimiento experimental

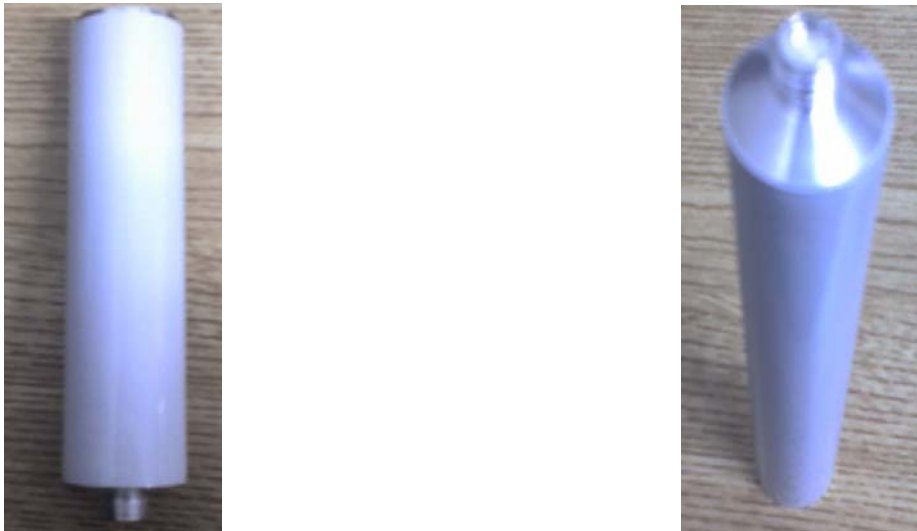
En una lata de dimensiones conocidas se pesaron 150g de asfalto reconstituido para cada caso 5%, 10%, 20%, 25%, 28% este asfalto, se coloca en un baño de aceite para evitar la formación de puntos calientes y se calienta gradualmente hasta una temperatura de 180°C.

Una vez que llegamos a la temperatura deseada agregamos el polímero granulado poco a poco y con agitación constante de 250 rpm, al mismo tiempo que se agrega el polímero y se esta calentando, se tiene incorporado un sistema que proporciona una atmósfera de nitrógeno, esto para evitar la oxidación de la mezcla, debido a la presencia de oxígeno del aire, así el nitrógeno mantendrá una atmósfera inerte sobre la superficie de la mezcla. Toda vez que han transcurrido las 4h a 180°C de la adición del polímero, procedemos a retirar la mezcla de asfalto y polímero y lo vaciamos en una charolita de aluminio para su posterior caracterización.

#### 4.9 Prueba de Segregación

Para realizar la prueba de segregación es necesario llevar a cabo una serie de pasos para obtener una correcta separación de los componentes no compatibles del asfalto, estos pasos se describen a continuación. Toda vez que se ha terminado la modificación del asfalto con el polímero, se procede a realizar la prueba de PEN, dicha prueba se explicara más.

Lo primero que hay que hacer para realizar esta prueba es tener el asfalto ya modificado, e inmediatamente verterlo en un tubo depresible de 22mm radio y 120mm de longitud teniendo cuidado de no llenar demasiado el tubo para evitar derrames debido a la dilatación; cuando ya se tiene el asfalto modificado en el tubo lo ponemos en una gradilla contenedora para dejarlo en una posición vertical, lo introducimos en la estufa a 180°C por 24h para que se lleve a cabo la segregación.



*Fig. 9 Tubos para realizar la segregación*

## **Capitulo 5. Caracterización del Asfalto Modificado (AM)**

### **5.1 Prueba de Penetrabilidad (PE) ASTM D5**

Como hemos visto en los anteriores capítulos cuando incorporamos un tipo específico y en cierta cantidad de polímero, modificamos las características termo-mecánicas de un asfalto el cual se ve mejorado con las propiedades que le confiere el polímero.

Pero para determinar el grado de modificación debemos realizar algunas pruebas de caracterización en el asfalto modificado (AM), las cuales nos dan parámetros de comparación con respecto a otros asfaltos modificados de diferentes autores. Estas pruebas nos dan la dureza del AM al oponerse a ser perforado, cuál es temperatura a la que fluye, la distribución del polímero en el asfalto, y el grado de compatibilidad del polímero con el asfalto, las pruebas son penetrabilidad, temperatura de ablandamiento, microscopía de fluorescencia, y segregación, respectivamente.

Una vez obtenidos los asfaltos modelo y modificados con el polímero se procede a realizar las pruebas ya mencionadas y las cuales se describe a continuación:

Prueba de penetración: Para determinar la dureza ó rigidez de un asfalto se utiliza esta técnica, el asfalto puede tener diferente dureza dependiendo de la temperatura a la cual esté el medio en el que se encuentre, el asfalto puede ser muy duro a temperaturas bajas pero a la vez quebradizo, o muy blando y maleable a temperaturas altas.



Esta prueba consiste en colocar una muestra (colocada en una pequeña charola de aluminio) en un aparato llamado penetrómetro el cuál mide la dureza que el asfalto adquiere al ser modificado, una vez colocada la muestra en la superficie del asfalto se libera un seguro el cuál deja caer una aguja estandarizada durante un tiempo de 5seg con una pesa estándar de 50g, esta aguja va penetrando en el asfalto, al cabo de este tiempo se detiene la caída y se toma la medición que reporta el aparato en décimas de mm (1/10mm) <sup>(9)</sup>.

A continuación se presenta un esquema del aparato, así como las medidas de la aguja estándar y charola utilizada.

Dimensiones de la charola:

Diámetro de la charola: 61mm

Altura de la charola: 25mm



*Fig. 10 Charola de aluminio para realizar  
La prueba de PE*



*Fig.11 Aparato para medir la PE*

Datos del Equipo:

- Datos reportados en (1/10mm)
- Peso del huso  $47.5 \pm 0.05g$
- Peso total huso más aguja:  $50 \pm 0.05g$

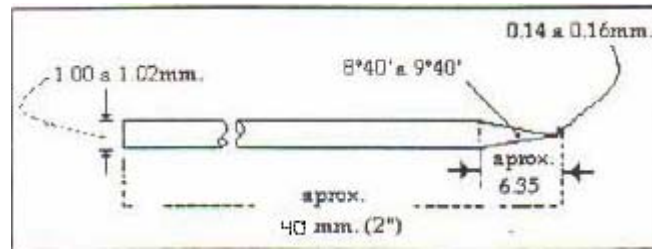


Fig. 12 Aguja estándar para prueba de penetración

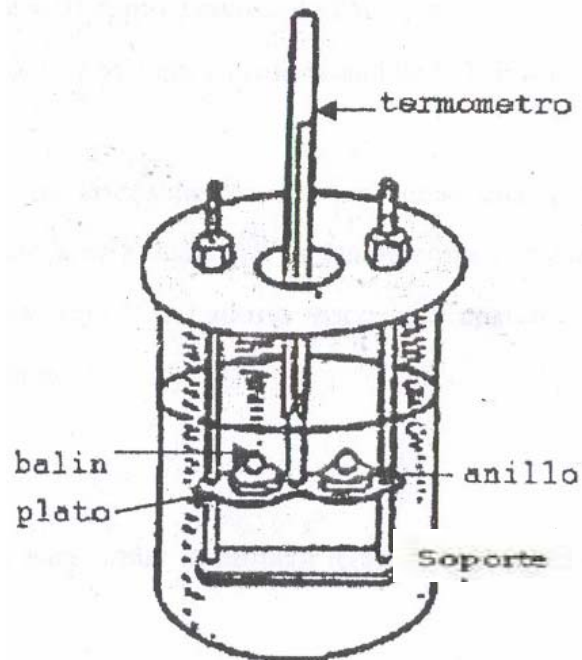
Datos de la aguja:

- Peso de la aguja 2.50g
- Aguja de acero inoxidable resistente a la temperatura y 40mm de longitud.
- Fabricante, Humboldt Mfg. Co., Laboratory Apparatus and Supplies  
7300 West Agatite Avenue, Norridge, Illinois.

## 5.2 Temperatura de Ablandamiento (TA) ASTM D36

Prueba de Temperatura de Ablandamiento: Consiste en colocar una muestra de asfalto en un anillo de latón de alrededor de 20 mm de diámetro interno, este anillo se coloca en un soporte que tiene un termómetro y dos porta anillos, a la muestra se le coloca un pequeño balín de aproximadamente  $3.5g \pm 0.05g$ , el arreglo se coloca en un baño de etilenglicol el cuál se va calentando gradualmente con agitación lenta y constante hasta llegar a la temperatura de ablandamiento del material analizado <sup>(8)</sup>, este arreglo se presenta detalladamente en las figuras 10, 11 y 12.

Como ya se mencionó el estado físico del asfalto depende de la temperatura, para determinar la máxima temperatura a la que el asfalto fluye ó se "ablanda" utilizamos la temperatura de ablandamiento.



*Fig. 13 Arreglo del aparato para determinar la TA*

En las figuras 14 y 15 se presentan los datos técnicos y medidas de los anillos y porta anillos para realizar la prueba de TA.

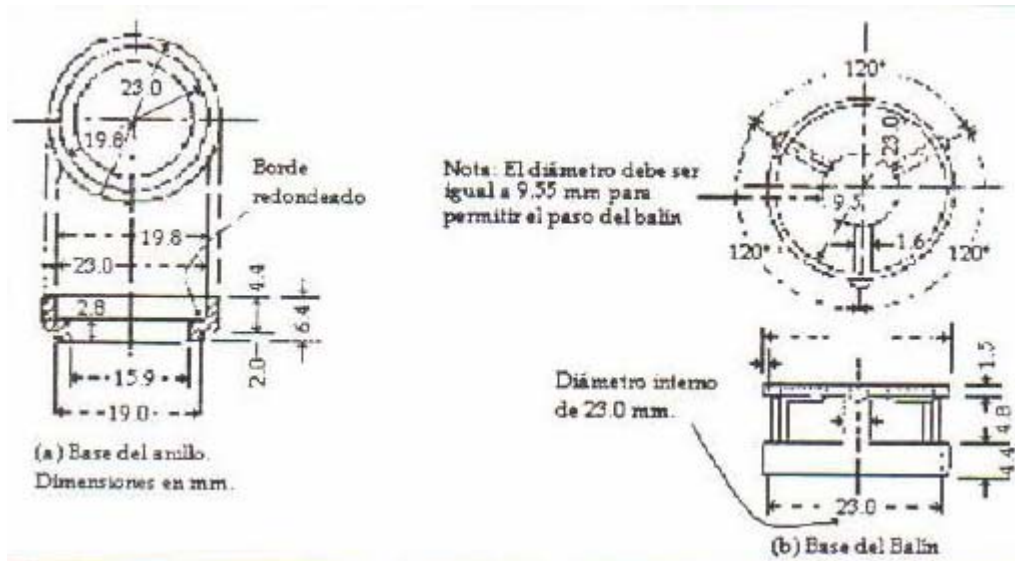


Fig. 14 Dimensiones del anillo empleado para determinar la temperatura de ablandamiento

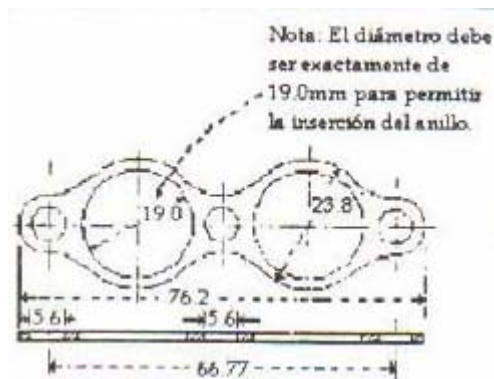
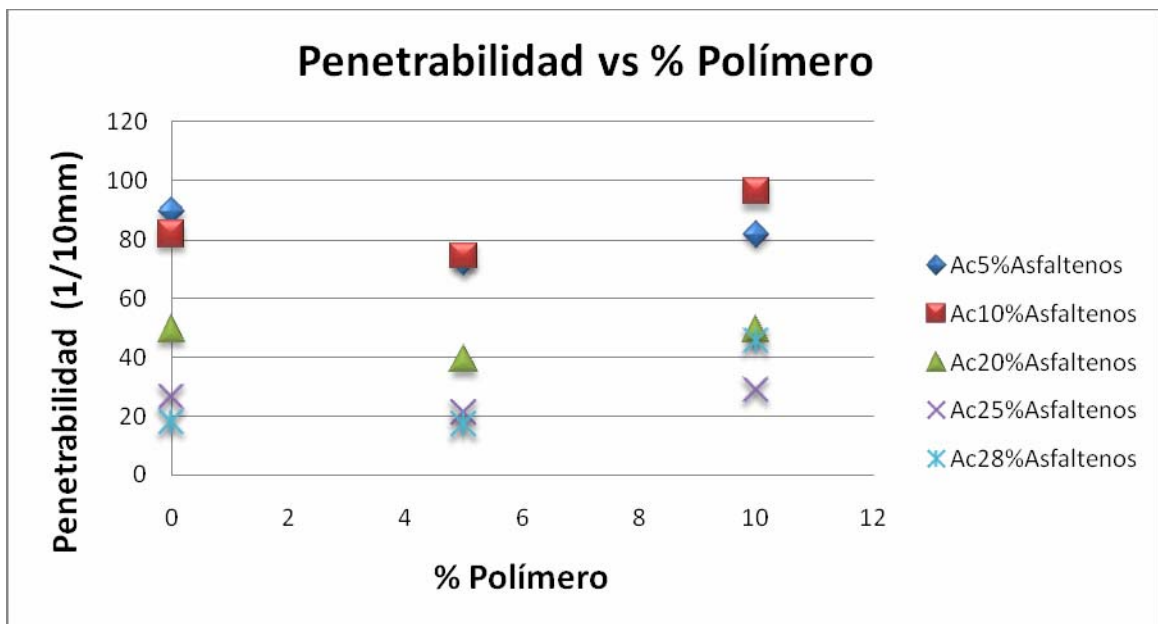


Fig. 15 Porta anillos

## Capítulo 6. Análisis de Resultados

### 6.1 Resultados de PE

En las Gráficas 1 y 2 se presentan los resultados de las pruebas de Penetración (Gráfica 1, 1/10mm) y de Temperatura de Ablandamiento (Gráfica 2, ° C) de asfaltos con diferente composición (5%, 10%, 20%, 25%, y 28% en peso de Asfaltenos), así como de esos mismos asfaltos pero modificados cada uno de ellos con diferentes cantidades de polímero.



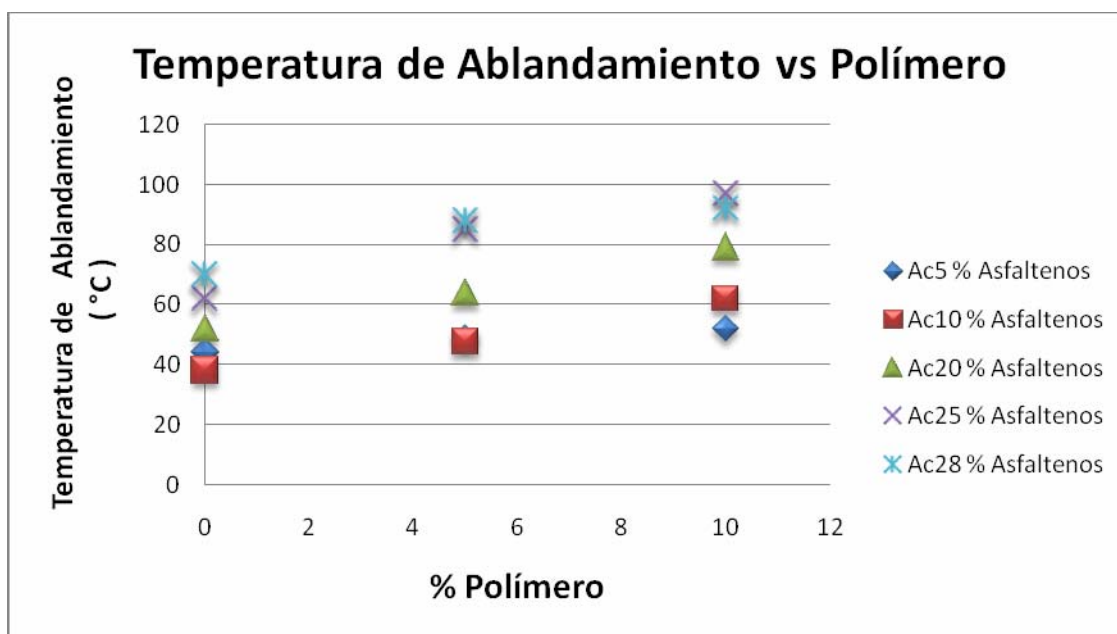
**Gráfica 1.** Penetración (1/10mm, ASTM D5-97) de asfaltos con diferente composición (5%, 10%, 20%, 25%, y 28% en peso de Asfaltenos), tanto sin modificar como modificados con diferentes cantidades (5% y 10% en peso) de copolímero SB.

Tabla.3 Resultados de Caracterización de PE de los asfaltos

| Ac´s | % Polímero | PE (1/10)    | Ac´s | % Polímero | PE (1/10)    | Ac´s | % Polímero | PE (1/10)    |
|------|------------|--------------|------|------------|--------------|------|------------|--------------|
| 5    | 0          | <b>89.66</b> | 5    | 5          | <b>72.33</b> | 5    | 10         | <b>82</b>    |
| 10   | 0          | <b>82</b>    | 10   | 5          | <b>74.66</b> | 10   | 10         | <b>96.33</b> |
| 20   | 0          | <b>49.66</b> | 20   | 5          | <b>39.5</b>  | 20   | 10         | <b>49.6</b>  |
| 25   | 0          | <b>26.66</b> | 25   | 5          | <b>21.33</b> | 25   | 10         | <b>29</b>    |
| 28   | 0          | <b>18</b>    | 28   | 5          | <b>17.33</b> | 28   | 10         | <b>45.66</b> |

En la Tabla 3 se presentan los asfaltos reconstituidos Ac´s, así como la cantidad de polímero agregado a cada asfalto modelo, y su respectivo valor de PE.

## 6.2 Resultados de TA



**Gráfica 2.** Temperatura de Ablandamiento (° C, ASTM D36-95) de asfaltos con diferente composición (5%, 10%, 20%, 25%, y 28% en peso de Asfaltos), tanto solos como modificados con diferentes cantidades (5% y 10% en peso) de copolímero SB.

Tabla.4 Resultados de Caracterización de TA de los asfaltos

| <b>Ac´s</b> | <b>%Polímero</b> | <b>TA<br/>(°C)</b> | <b>Ac´s</b> | <b>%Polímero</b> | <b>TA<br/>(°C)</b> | <b>Ac´s</b> | <b>%Polímero</b> | <b>TA<br/>(°C)</b> |
|-------------|------------------|--------------------|-------------|------------------|--------------------|-------------|------------------|--------------------|
| 5           | 0                | <b>44</b>          | 5           | 5                | <b>49</b>          | 5           | 10               | <b>52</b>          |
| 10          | 0                | <b>38</b>          | 10          | 5                | <b>47.5</b>        | 10          | 10               | <b>62</b>          |
| 20          | 0                | <b>52</b>          | 20          | 5                | <b>64</b>          | 20          | 10               | <b>79</b>          |
| 25          | 0                | <b>62</b>          | 25          | 5                | <b>85</b>          | 25          | 10               | <b>97</b>          |
| 28          | 0                | <b>70</b>          | 28          | 5                | <b>88</b>          | 28          | 10               | <b>92</b>          |

En la Tabla 4 se presentan los asfaltos reconstituidos Ac´s, así como la cantidad de polímero agregado a cada asfalto modelo, y su respectivo valor de TA.

### 6.3 Observaciones:

Dentro de las composiciones investigadas, se observa que al incrementarse la cantidad de asfaltenos en el asfalto éste muestra una menor *Penetración PE* y una mayor *Temperatura de Ablandamiento TA*. En términos generales, los asfaltos modificados muestran la misma tendencia, con mayores desviaciones en mezclas de asfalto modificado y con la concentración de polímero más alta (10% en peso).



## 6.4 Análisis e Interpretaciones

Estos resultados se pueden explicar considerando que el asfalto es una mezcla heterogénea de maltenos y asfaltenos la cual, de acuerdo al modelo micelar, está constituida por micelas de asfaltenos estabilizadas por las resinas y dispersas en una matriz de maltenos (compuestos aromáticos y alifáticos). Además, debido a que los asfaltenos son los compuestos de mayor peso molecular ellos son los responsables principales de la elasticidad (dureza) del asfalto. Por lo tanto, el asfalto que tiene mayor cantidad de asfaltenos ofrece mayor resistencia a la deformación y, consecuentemente exhiben valores menores de *PE* y mayores de *TA*.

Para explicar el comportamiento de esos asfaltos modificados con diferentes cantidades de polímero, es conveniente mencionar que durante el proceso de mezclado de asfalto y polímero, éste interacciona con los maltenos pero no con los asfaltenos, por la compatibilidad que existe entre dichos materiales. Como resultado, ocurre una transferencia de los maltenos desde la fase rica en asfaltenos hacia el polímero (proceso conocido como destilación), con lo cual se incrementa el tamaño de las micelas de asfaltenos y se forma la fase rica en polímero. Dependiendo de la cantidad relativa de polímero, se pueden tener sistemas donde la fase rica en polímero es la fase dispersa, o bien que dicha fase polimérica constituya la fase continua del asfalto modificado.

Es necesario mencionar también que cuando hay suficiente compatibilidad entre el polímero y los componentes del asfalto, se obtiene un material que ofrece mayor resistencia a la deformación tanto térmica como

mecánica en un intervalo de temperatura más amplio que la resistencia que ofrece el asfalto solo. Por lo tanto, de acuerdo con lo antes mencionado, las observaciones generales de la disminución de *PE* y el incremento en la *TA* que presentaron estos asfaltos modificados pueden explicarse considerando que se deben a la integración que se logró del polímero en el asfalto. Las desviaciones que se observan a dicho comportamiento en general están dentro del intervalo de variabilidad de esas pruebas de caracterización.

Por lo tanto, al incrementarse la cantidad de polímero se incrementa la resistencia termo-mecánica del asfalto, aumenta la *TA* y la *PE* disminuye ligeramente en comparación con el asfalto sin modificar (excepto al 5% de polímero).

## 6.5 Micrografías de Microscopia de Fluorescencia

Concentración de Asfaltenos con 5% polímero

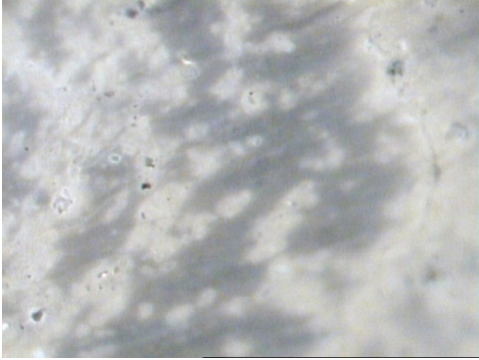


Fig. 16 Micrografía del Ac5 H5

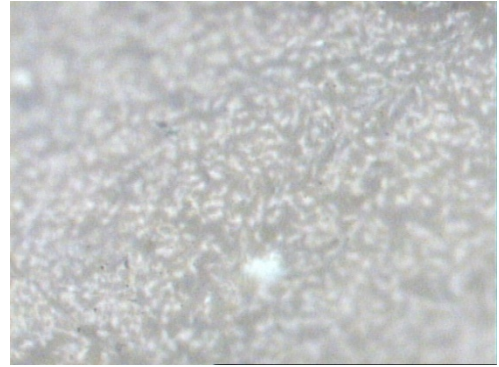


Fig. 17 Micrografía del Ac10 H5

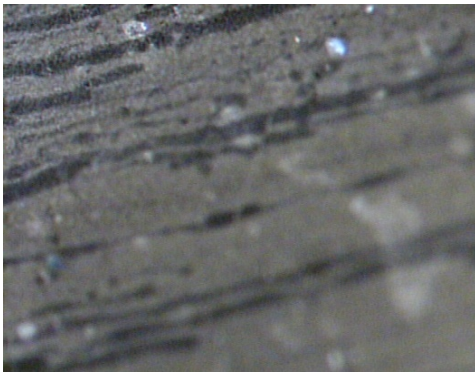


Fig. 18 Micrografía del Ac20 H5

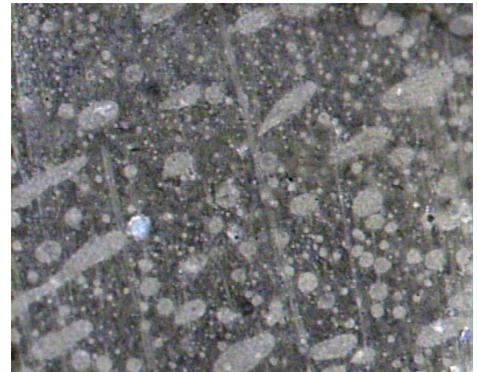


Fig. 19 Micrografía del Ac25 H5

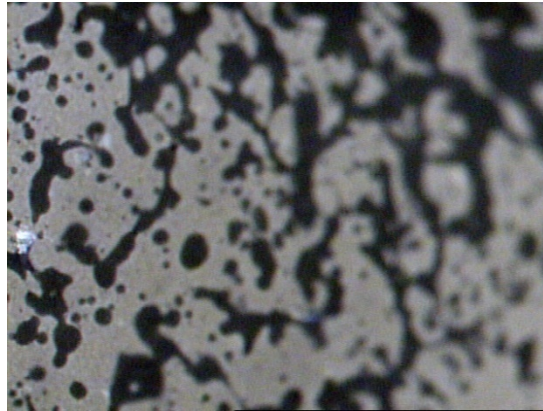


Fig. 20 Micrografía del Ac28 H5

**Concentración de Asfaltenos con 10% polímero**

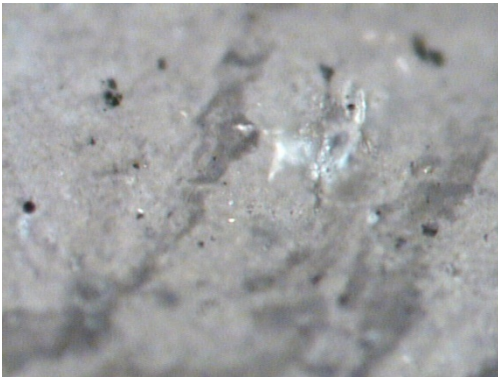


Fig. 21 Micrografía del Ac5 H10

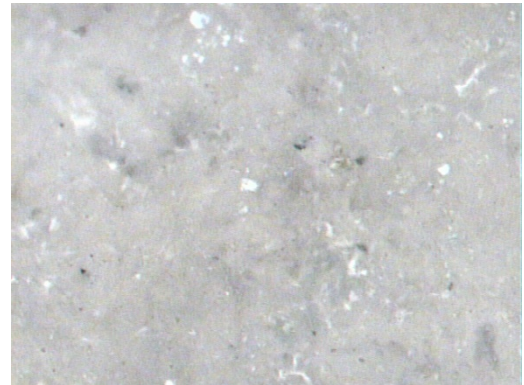


Fig. 22 Micrografía del Ac10 H10

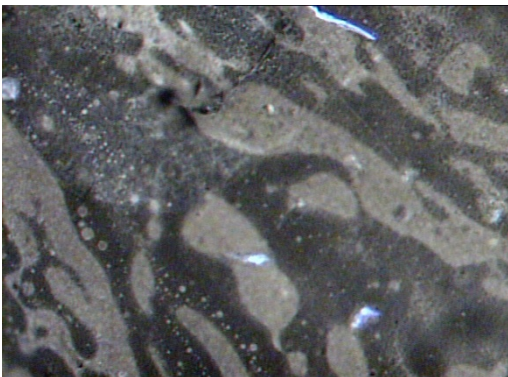


Fig. 23 Micrografía del Ac20 H10

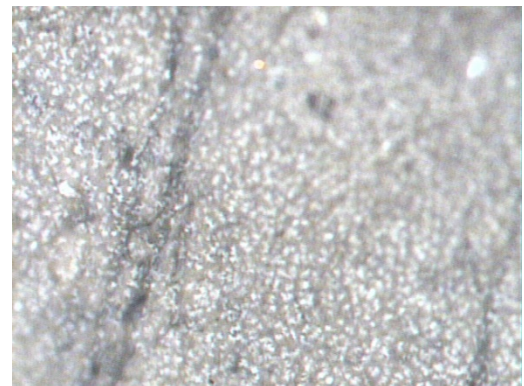


Fig. 24 Micrografía del Ac25 H10

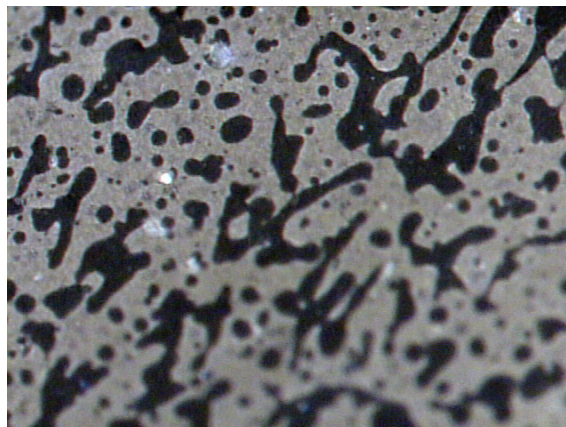


Fig. 25 Micrografía del Ac28 H10

En lo que respecta a las fotografías obtenidas mediante Microscopia de fluorescencia, se puede observar que la distribución del polímero no es homogénea en el asfalto con 5% de asfaltenos modificado con 5% de polímero, en donde se observan dominios de polímero aglomerado y zonas que presentan polímero pero en menor concentración. En lo que respecta a las demás micrografías con 10%, 20%, 25% y 28% de asfaltenos y 5% de polímero en todos los casos se muestra una distribución del polímero relativamente buena aunque de diferente modo, estas distribuciones se deben a la diferente composición de los asfaltenos modelo. Debido a que existe una competencia entre los asfaltenos y el polímero por los maltenos, mientras más se aumenta la cantidad de maltenos en la mezcla mayor será la distribución del polímero aunque no por ello las propiedades del material serán mejores.

En el caso de las concentraciones con 5%, 10%, 20%, 25% y 28% de asfaltenos y con 10% de polímero se observó que la distribución del polímero se ve más favorecida, esto obviamente por que en este caso la concentración de polímero es mayor y tiende a vencer la atracción de los asfaltenos por los maltenos.

Es decir, en general, se observa que para concentraciones de maltenos mayores al 80%, la incorporación del polímero se ve favorecida para ambas concentraciones de polímero (5% y 10%). Formándose una red polimérica con la correspondiente inversión de fases.

Para asfaltos modificados que tienen una alta concentración de asfaltos, se observa que a pesar de que las concentraciones de polímero son de intermedias a altas, se presentan dominios de asfalto, lo cual quiere decir que no hay suficientes maltenos para una incorporación homogénea del polímero, aún a altas concentraciones del mismo. En el caso del AC25 tanto con 5% y 10% de polímero, se presentan esferas de polímero, lo cual es indicativo de la carencia de maltenos que dispersen al polímero y éste se estabiliza formando las esferas como una respuesta a la incompatibilidad del sistema polímero-asfaltos.

## 6.6 Resultados de PE realizados a los AM Segregados

*Tabla.5 Resultados de la segregación (cabeza) con 5% de polímero del AM en hielo*

| % Asfaltos | % de Polímero | PE (1/10mm) |
|------------|---------------|-------------|
| 5          | 5             | 23.6        |
| 10         | 5             | 28.8        |
| 20         | 5             | 9.6         |
| 25         | 5             | 11.6        |
| 28         | 5             | 14.4        |

*Tabla.6 Resultados de la segregación (cola) con 5% de polímero del AM en hielo*

| % Asfaltenos | % de Polímero | PE (1/10mm) |
|--------------|---------------|-------------|
| 5            | 5             | 31.4        |
| 10           | 5             | 21          |
| 20           | 5             | 12.4        |
| 25           | 5             | 4           |
| 28           | 5             | 4           |

*Tabla.7 Resultados de la segregación (cabeza) con 10% de polímero del AM en hielo*

| % Asfaltenos | % de Polímero | PE (1/10mm) |
|--------------|---------------|-------------|
| 5            | 10            | 31.6        |
| 10           | 10            | 39.8        |
| 20           | 10            | 42.4        |
| 25           | 10            | 11.6        |
| 28           | 10            | 39.2        |

*Tabla.8 Resultados de la segregación (cola) con 10% de polímero del AM en hielo*

| % Asfaltenos | % de Polímero | PE (1/10mm) |
|--------------|---------------|-------------|
| 5            | 10            | 25.8        |
| 10           | 10            | 27.6        |
| 20           | 10            | 3.4         |
| 25           | 10            | 2           |
| 28           | 10            | 0.7         |

## Capítulo 7. Conclusiones

En las pruebas de penetración, se obtuvieron asfaltos con un valor menor de la penetración que con el asfalto sin reconstituir y sin modificar ello indica que esta formulación de asfalto y polímero es la más “dura” posible de entre las demás mezclas. En cuanto a los resultados en las pruebas de Temperatura de ablandamiento lo que se esperaba era obtener el valor más alto, ya que ésto indica que esta formulación es la que es menos susceptible a la temperatura.

Se logró la modificación del asfalto agregándole un polímero a diferentes concentraciones, lo anterior queda demostrado mediante los resultados experimentales obtenidos.

Se puede observar que en todos los casos el mejor comportamiento en las pruebas de penetrabilidad hechas a los asfaltos reconstituidos al 5, 10, 20, 25 y 28% se obtuvieron con el polímero 1205 al **5%**,

Por otro lado, en lo que respecta a la prueba de temperatura de ablandamiento los mejores resultados y siguiendo la misma tendencia, se presentan en la modificación con el polímero 1205 al **10%** en todas las modificaciones con 5, 10, 20, 25 y 28% de Asfaltenos.

Mediante los resultados obtenidos vemos que en lo que se refiere a la penetrabilidad el mejor resultado lo tuvimos en la proporción de asfalto al 28% y con la adición de polímero al 5% ya que con esta proporción obtuvimos la menor penetración, ver tabla 5 y gráfico 2 y 3.



En lo que respecta a la prueba de ablandamiento el mejor resultado esperado es el de asfalto al 25% y con polímero incorporado al 10% ya que con esta mezcla obtuvimos la mayor temperatura, ver tabla 4 y gráfico 2.

En la prueba de Segregación los resultados que se obtuvieron de la prueba de PE nos permiten diferenciar entre las mezclas que son menos susceptibles a la temperatura, estas mezclas son las que cuentan con la siguiente composición: Ac5H5 y Ac10H5. Ya que los valores entre la porción "cola" y la porción "cabeza" no se alejan demasiado al someterlos a la temperatura de trabajo de 180°C y 24h, es posible concluir que en lo que respecta a las mezclas con 5% de polímero son las más estables de todas las mezclas estudiadas en este trabajo.

Al igual que en los anteriores resultados de segregación y caracterizados por PE con 5% de polímero y ahora con 10% de polímero observamos un comportamiento similar ya que la mayor estabilidad del asfalto se mantiene con mezclas por debajo de 20% de asfaltenos, es decir en este caso las mezclas más estables son Ac5H10 y Ac10H10.

En cuanto al objetivo global planteado al inicio de este trabajo y en lo que respecta a las pruebas realizadas y resultados obtenidos se cumplió lo planteado ya que los resultados y objetivo se cumplieron, lo que sigue es encontrar la mezcla idónea que sea a la vez resistente a la temperatura, es decir termo-mecánicamente estable.

## **Capítulo 8. Aclaraciones**

El trabajo experimental además de realizarse en el laboratorio 213 del conjunto E de la Facultad de Química, también se llevó a cabo en el laboratorio de Ingeniería Química de la misma Facultad en este lugar se realizaron los trabajos de destilación del n-C<sub>7</sub> con maltenos disueltos, lo cual se realizó mediante un equipo de destilación con un cambiador de calor y un pequeño reactor con capacidad de aprox. 9L, obteniéndose de éste n-heptano limpio para su reciclado y reutilización en posteriores trabajos.

Cabe aclarar que en el desarrollo de este proyecto se llevaron a cabo algunas modificaciones en el procedimiento original, ya que hubo algunos cambios en el material de trabajo, temperaturas de operación, y algunas técnicas de manipulación sin que ello modifique ó altere los resultados.

En cuanto el material de trabajo, en lugar de utilizar un matraz de 1000mL, se utilizó un reactor de 4L, con esto obviamente se tuvo un poco más de material para trabajar en una sola vez. En lo que respecta a las temperaturas de trabajo para la separación del asfalto en sus componentes no se trabajo a la temperatura reportada.

Se pudo observar que las irregularidades en las temperaturas, se debieron a que tal vez en lo reportado en los anteriores trabajos de literatura se trabajó con concentraciones diferentes del n-heptano, en esta ocasión se trabajo con n-C<sub>7</sub> grado industrial.

En cuanto a las pruebas de segregación y caracterizadas por PE debo señalar que las muestras se trabajaron en un baño de hielo para su mejor manipulación.

## Capítulo 9. Bibliografía

- (1) Nidia Irania Orduña Fonseca. "Modificación de Asfalto con copolímeros Modelo". Tesis UNAM. Facultad de Química 2003.
- (2) Rafael Herrera Alonso "Estudio Reológico de Mezclas Maltenos – Copolímeros Estireno – Butadieno". Tesis Maestro en Ingeniería Química, Facultad de Química UNAM 2003.
- (3) O. W. Webster, *Science*, 251, 887 (1991).
- (4) L. J. Fetters and E. L. Thomas in *Material Science & Technology*, Vol. 12, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, Germany, 1993, p. 1.
- (5) Aida Viridiana Vargas Zavala. "Estudio de la Modificación de Asfalto con Mezclas de Copolímero de Estireno – Butadieno". Tesis UNAM, Facultad de Química, 2003.
- (6) The American Society for Testing and Materials "Standar Test Method for n-Heptane insolubles<sup>1</sup>". ASTM 3279 – 90, 1986.
- (7) The American Society for Testing and Materials "Standar Test Method for Separation of Asphalt into four fractions<sup>1</sup>". ASTM D4124 – 90, 1990.
- (8) The American Society for Testing and Materials. "Standar Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring-and-Ball Apparatus)". ASTM D36, 1986.
- (9) The American Society for Testing and Materials. "Standar Test Method for Penetration of Bituminous Materials". ASTM D5, 1986.

(10) Mario Alberto Gómez Licea. "Estudio de la modificación de Asfalto Ac-20 de salamanca con copolímeros SBS SEBS.

(11) Jorge Octavio Virues Delgadillo. "Estudio de las propiedades mecánicas a baja temperatura (CREEP) de asfalto modificado con copolímero modelo de estiren-butadieno." Tesis UNAM, Facultad de Química 2004.

#### Referencias Electrónicas

(12) <http://www.pslc.ws/spanish/tg.htm>

(13) <http://www.e-asphalt.com/aditivos/aditivos.htm>

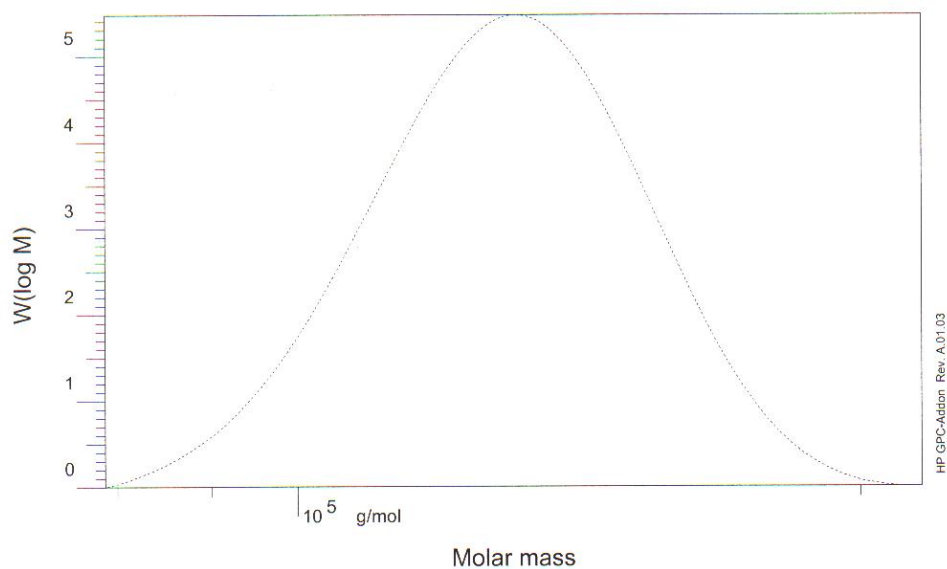
(14) <http://www.e-asphalt.com/modificados/modificados.htm>

(15) <http://www.arqhys.com/arquitectura/asfalto-composicion.html>

(16) <http://www.monografias.com/trabajos5/plasti/plasti.shtml>

(17) <http://www.monografias.com/trabajos5/plasti/plasti.shtml#esti>

**Sample :** 1205  
**Calibration file :** E:\HPCHEM\1\DATA\20090614.D\JJHKA 270607.CAL  
**Integration from:** 5.840 ml **Integration to :** 6.330 ml  
**MHK - A (Cal.):** 1.000E+0 **MHK - K (Cal.):** 0.000E+0 ml/g  
**Eluent :** not defined **Flowrate :** 1.000 ml/min  
**Concentration :** 1.000 g/l **Inject volume :** 20.000 ul  
**Column 1 :** PLGel MIXED C **Temperature :** 0.000 C  
**Detector 1 :** RID A, Refractive Index Signal **Delay volume :** 0.000 ml  
**Operator :** PAOLA **Acquisition interval :** 0.430 sec



**rid1A**

|             |          |       |
|-------------|----------|-------|
| <b>Mn :</b> | 1.2743e5 | g/mol |
| <b>Mw :</b> | 1.3083e5 | g/mol |
| <b>Mz :</b> | 1.3426e5 | g/mol |
| <b>Mv :</b> | 1.3083e5 | g/mol |
| <b>D :</b>  | 1.0267e0 |       |
| <b>[n]:</b> | 0.000000 | ml/g  |
| <b>Vp :</b> | 6.0838e0 | ml    |
| <b>Mp :</b> | 1.3059e5 | g/mol |
| <b>A :</b>  | 3.5276e3 | ml*V  |
| <b>10%:</b> | 1.0406e5 | g/mol |
| <b>30%:</b> | 1.1855e5 | g/mol |
| <b>50%:</b> | 1.2962e5 | g/mol |
| <b>70%:</b> | 1.4137e5 | g/mol |
| <b>90%:</b> | 1.5921e5 | g/mol |

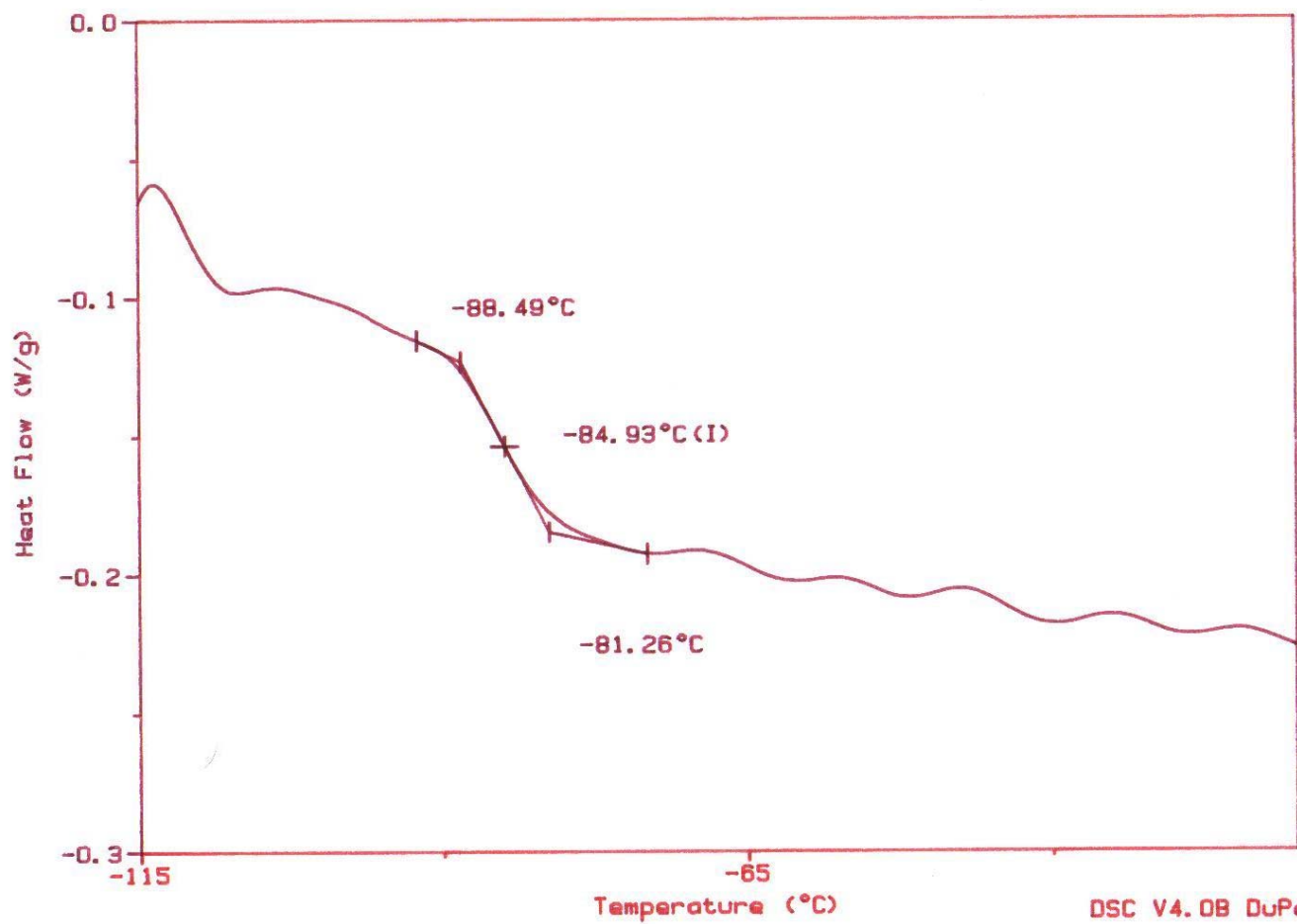
**Path :** E:\HPCHEM\1\DATA\PAOLA\15020603.D  
**Date :** Thursday 10/18/07 15:20:12

**Sign :**

Sample: 05SBM01  
Size: 13.2000 mg  
Method: POLIBUTADIENO

DSC

File: HUGO.4  
Operator: HUGO



DSC V4.0B DuPont 2100



Designation: D 36 - 86 (Reapproved 1989)

## Standard Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring-and-Ball Apparatus)<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 36; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

NOTE—A formula in 10.4 was corrected editorially and the year date changed on Feb. 10, 1986.

### 1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the softening point of bitumen in the range from 30 to 157°C (86 to 315°F) using the ring-and-ball apparatus immersed in distilled water (30 to 80°C), USP glycerin (above 80 to 157°C), or ethylene glycol (30 to 110°C).

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard.

1.3 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

- C 670 Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction Materials<sup>2</sup>
- D 92 Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup<sup>3</sup>
- D 140 Practice for Sampling Bituminous Materials<sup>4</sup>
- E 1 Specification for ASTM Thermometers<sup>5</sup>

### 3. Summary of Test Method

3.1 Two horizontal disks of bitumen, cast in shouldered brass rings, are heated at a controlled rate in a liquid bath while each supports a steel ball. The softening point is reported as the mean of the temperatures at which the two disks soften enough to allow each ball, enveloped in bitumen, to fall a distance of 25 mm (1.0 in.).

### 4. Significance and Use

4.1 Bitumens are viscoelastic materials without sharply defined melting points; they gradually become softer and less viscous as the temperature rises. For this reason, softening points must be determined by an arbitrary and closely defined method if results are to be reproducible.

4.2 The softening point is useful in the classification of bitumens, as one element in establishing the uniformity of shipments or sources of supply, and is indicative of the tendency of the material to flow at elevated temperatures encountered in service.

### 5. Apparatus

5.1 *Rings*—Two square-shouldered brass rings conforming to the dimensions shown in Fig. 1(a).

5.2 *Pouring Plate*—A flat, smooth, brass plate approximately 50 by 75 mm (2 by 3 in.).

5.3 *Balls*—Two steel balls, 9.5 mm ( $\frac{3}{8}$  in.) in diameter, each having a mass of  $3.50 \pm 0.05$  g.

5.4 *Ball-Centering Guides*—Two brass guides for centering the steel balls, one for each ring, conforming to the general shape and dimensions shown in Fig. 1 (b).

5.5 *Bath*—A glass vessel, capable of being heated, not less than 85 mm in inside diameter and not less than 120 mm in depth from the bottom of the flare.

NOTE 1—An 800-mL, low-form Griffin beaker of heat-resistant glass meets this requirement.

5.6 *Ring Holder and Assembly*—A brass holder designed to support the two rings in a horizontal position, conforming to the shape and dimensions shown in Fig. 1 (c), supported in the assembly illustrated in Fig. 1 (d). The bottom of the shouldered rings in the ring holder shall be 25 mm (1.0 in.) above the upper surface of the bottom plate, and the lower surface of the bottom plate shall be  $16 \pm 3$  mm ( $\frac{5}{8} \pm \frac{1}{8}$  in.) from the bottom of the bath.

#### 5.7 Thermometers:

5.7.1 An ASTM Low Softening Point Thermometer, having a range from  $-2$  to  $+80^\circ\text{C}$  or 30 to  $180^\circ\text{F}$ , and conforming to the requirements for Thermometer 15C or 15F as prescribed in Specification E 1.

5.7.2 An ASTM High Softening Point Thermometer, having a range from 30 to  $200^\circ\text{C}$  or 85 to  $392^\circ\text{F}$ , and conforming to the requirements for Thermometer 16C or 16F as prescribed in Specification E 1.

5.7.3 An ASTM Bituminous Materials Softening Point Thermometer, having a range from  $-1$  to  $+175^\circ\text{C}$  or 30 to  $350^\circ\text{F}$ , and conforming to the requirements for Thermometer 113C or 113F as prescribed in Specification E 1.

5.7.4 The appropriate thermometer shall be suspended in the assembly as shown in Fig. 1 (d) so that the bottom of the bulb is level with the bottom of the rings and within 13 mm (0.5 in.) of the rings, but not touching them or the ring holder.

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-8 on Roofing, Waterproofing, and Bituminous Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D08.03 on Surfacing and Bituminous Materials for Membrane Waterproofing and Builtup Roofing.

Current edition approved Feb. 10, 1986. Published April 1986. Originally published as D 36 - 62T. Last previous edition D 36 - 84.

<sup>2</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vols 04.01, 04.02, 04.04, and 04.08.

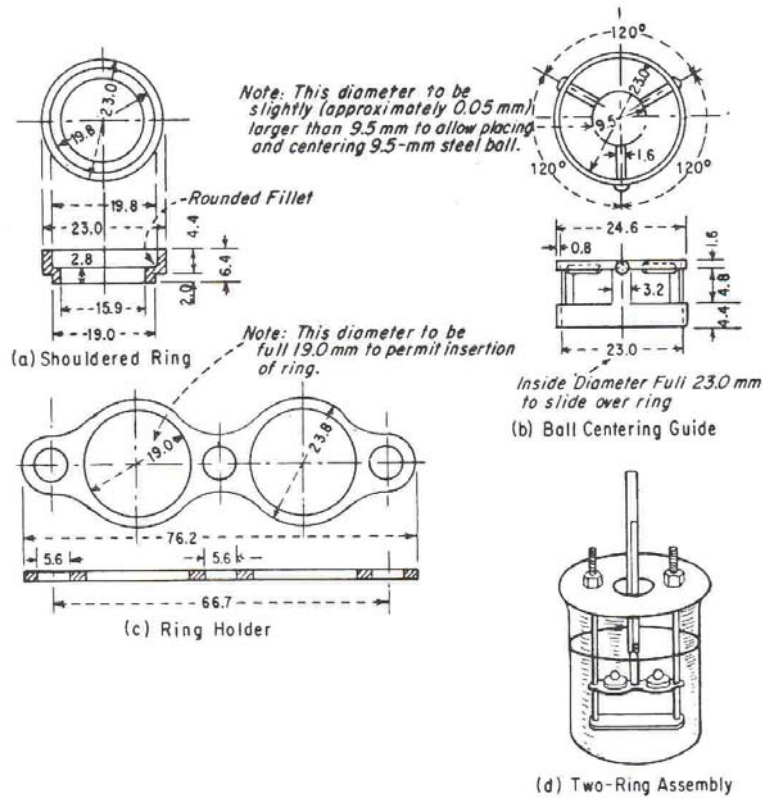
<sup>3</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vols 04.04, 05.01, and 10.03.

<sup>4</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vols 04.03, 04.04, and 04.08.

<sup>5</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vols 05.03 and 14.01.



D 36



NOTE—All dimensions are in millimetres.

FIG. 1 Shouldered Ring, Ball-Centering Guide, Ring Holder, and Assembly of Apparatus Showing Two Rings

6. Reagents and Materials

6.1 Bath Liquids:

6.1.1 Freshly Boiled Distilled Water.

NOTE 2—The use of freshly boiled distilled water is essential to avoid trapping air bubbles on the surface of the specimen which may affect the results.

6.1.2 USP Glycerin, or

NOTE 3—CAUTION:—Glycerin has a flash point of 160°C (320°F) in accordance with Test Method D 92.

6.1.3 Ethylene Glycol, with a boiling point between 195 and 197°C (383 and 387°F).

NOTE 4—CAUTION:—Ethylene glycol is toxic when taken internally or inhaled as a vapor. Avoid prolonged or repeated skin contact and inhalation of vapors. Its flash point is 115°C (239°F) in accordance with Test Method D 92. When using this bath liquid, conduct the test in a vented laboratory hood with adequate exhaust fan capacity to ensure removal of toxic vapors.

6.2 Release Agents:

6.2.1 To prevent adhesion of bitumen to the pouring plate when casting disks, the surface of the brass pouring plate

may be thinly coated just before use with silicone oil or grease (Note 5), a mixture of glycerin and dextrin, talc, or china clay.

NOTE 5—CAUTION:—Isolate silicones from other bituminous testing equipment and samples to avoid contamination, and wear disposable rubber gloves whenever handling silicones or apparatus coated with them. Silicone contamination can produce erroneous results in other tests such as those for penetration and flash point.

7. Sampling

7.1 Sample the material in accordance with Practice D 140.

8. Test Specimens

8.1 Do not start unless it is planned to complete preparation and testing of all asphalt specimens within 6 h and all coal-tar pitch specimens within 4½ h. Heat the bitumen sample with care, stirring frequently to prevent local overheating, until it has become sufficiently fluid to pour (Note 6). Stir carefully to avoid incorporation of air bubbles in the sample.



 D 36

NOTE 6—An electric hot plate having a minimum power to unit-surface-area ratio of 37 kW/m<sup>2</sup> has been found satisfactory for this purpose.

8.1.1 Take no more than 2 h to heat an asphalt sample to its pouring temperature; in no case shall this be more than 110°C (200°F) above the expected softening point of the asphalt.

8.1.2 Take no more than 30 min to heat a coal-tar pitch sample to its pouring temperature; in no case shall this be more than 55°C (100°F) above the expected softening point of the coal-tar-pitch.

8.1.3 If the test must be repeated later, do not reheat this sample; use a fresh sample in a clean container to prepare new test specimens.

8.2 Heat the two brass rings (but not the pouring plate) to the approximate pouring temperature, and place them on the pouring plate treated with one of the release agents.

8.3 Pour a slight excess of the heated bitumen into each ring, and then allow the specimens to cool in ambient air for at least 30 min. For materials that are soft at room temperature, cool the specimens for at least 30 min at an air temperature at least 10°C (18°F) below the expected softening point. From the time the specimen disks are poured, no more than 240 min shall elapse before completion of the test.

8.4 When the specimens have cooled, cut away the excess bitumen cleanly with a slightly heated knife or spatula, so that each disk is flush and level with the top of its ring.

## 9. Procedure

9.1 Select one of the following bath liquids and thermometers appropriate for the expected softening point:

9.1.1 Freshly boiled distilled water for softening points between 30 and 80°C (86 and 176°F); use Thermometer 15C or 15F, or Thermometer 113C or 113F. The starting bath temperature shall be 5 ± 1°C (41 ± 2°F).

9.1.2 USP glycerin for softening points above 80°C (176°F) and up to 157°C (315°F); use Thermometer 16C or 16F, or Thermometer 113C or 113F. The starting bath temperature shall be 30 ± 1°C (86 ± 2°F).

9.1.3 Ethylene glycol for softening points between 30 and 110°C (86 and 230°F); use Thermometer 113C or 113F. The starting bath temperature shall be 5 ± 1°C (41 ± 2°F).

NOTE 7—For referee purposes, all softening points up to 80°C (176°F) shall be determined in a water bath and all softening points above 80°C (176°F) shall be determined in a glycerin bath.

9.2 Assemble the apparatus in the laboratory hood with the specimen rings, ball-centering guides, and thermometer in position, and fill the bath so that the liquid depth will be 105 ± 3 mm (4 1/8 ± 1/8 in.) with the apparatus in place. If using ethylene glycol, make sure the hood exhaust fan is turned on and operating properly to remove toxic vapors. Using forceps, place the two steel balls in the bottom of the bath so they will reach the same starting temperature as the rest of the assembly.

9.3 Place the bath in ice water, if necessary, or gently heat to establish and maintain the proper starting bath temperature for 15 min with the apparatus in place. Take care not to contaminate the bath liquid.

9.4 Again using forceps, place a ball from the bottom of the bath in each ball-centering guide.

9.5 Heat the bath from below so that the temperature indicated by the thermometer rises at a uniform rate of 5°C (9°F)/min (Note 8). Protect the bath from drafts, using shields if necessary. Do not average the rate of temperature rise over the test period. The maximum permissible variation for any 1-min period after the first 3 min shall be ± 0.5°C (± 1.0°F). Reject any test in which the rate of temperature rise does not fall within these limits.

NOTE 8—Rigid adherence to the prescribed heating rate is essential to reproducibility of results. Either a gas burner or electric heater may be used, but the latter must be of the low-lag, variable output type to maintain the prescribed rate of heating.

9.6 Record for each ring and ball the temperature indicated by the thermometer at the instant the bitumen surrounding the ball touches the bottom plate. Make no correction for the emergent stem of the thermometer. If the difference between the two temperatures exceeds 1°C (2°F), repeat the test.

## 10. Calculation

10.1 For a given bitumen specimen, the softening point determined in a water bath will be lower than that determined in a glycerin bath. Since the softening point determination is necessarily arbitrary, this difference matters only for softening points slightly above 80°C (176°F).

10.2 The change from water to glycerin for softening points above 80°C creates a discontinuity. With rounding, the lowest possible asphalt softening point reported in glycerin is 84.5°C (184°F), and the lowest possible coal-tar pitch softening point reported in glycerin is 82.0°C (180°F). Softening points in glycerin lower than these translate to softening points in water of 80°C (176°F) or less, and shall be so reported.

10.2.1 The correction for asphalt is -4.2°C (-7.6°F), and for coal-tar pitch is -1.7°C (-3.0°F). For referee purposes, repeat the test in a water bath.

10.2.2 Under any circumstances, if the mean of the two temperatures determined in glycerin is 80.0°C (176.0°F) or lower for asphalt, or 77.5°C (171.5°F) or lower for coal-tar pitch, repeat the test in a water bath.

10.3 To convert softening points slightly above 80°C (176°F) determined in water to those determined in glycerin, the correction for asphalt is +4.2°C (+7.6°F) and for coal-tar pitch is +1.7°C (+3.0°F). For referee purposes, repeat the test in a glycerin bath.

10.3.1 Under any circumstances, if the mean of the two temperatures determined in water is 85.0°C (185.0°F) or higher, repeat the test in a glycerin bath.

10.4 Results obtained by using an ethylene glycol bath will vary from those using water and glycerin by amounts calculated from the following formulas:

*Asphalt:*

$$\begin{aligned} \text{SP (glycerin)} &= 1.026583 \times \text{SP (ethylene glycol)} - 1.334968^\circ\text{C} \\ \text{SP (water)} &= 0.974118 \times \text{SP (ethylene glycol)} - 1.44459^\circ\text{C} \end{aligned}$$

*Coal Tar:*

$$\begin{aligned} \text{SP (glycerin)} &= 1.044795 \times \text{SP (ethylene glycol)} - 5.063574^\circ\text{C} \\ \text{SP (water)} &= 1.061111 \times \text{SP (ethylene glycol)} - 8.413488^\circ\text{C} \end{aligned}$$

† Editorially corrected.

 D 36
**11. Report**

11.1 When using ASTM Thermometer 15C or 15F, report to the nearest 0.2°C or 0.5°F the mean or corrected mean of the temperatures recorded in 9.6 as the softening point.

11.2 When using ASTM Thermometer 16C or 16F, or ASTM Thermometer 113C or 113F, report to the nearest 0.5°C or 1.0°F the mean or corrected mean of the temperatures recorded in 9.6 as the softening point.

11.3 Report the bath liquid used in the test.

**12. Precision**

12.1 With distilled water or USP glycerin, the following criteria shall be used for judging the acceptability of results (95 % probability):

12.1.1 *Single-Operator Precision*—The single-operator standard deviation has been found to be 0.41°C (0.73°F). Therefore, results of two properly conducted tests by the same operator on the same sample of bitumen should not

differ by more than 1.2°C (2.0°F).<sup>6</sup>

12.1.2 *Multilaboratory Precision*—The multilaboratory standard deviation has been found to be 0.70°C (1.26°F). Therefore, results of two properly conducted tests on the same sample of bitumen from two laboratories should not differ by more than 2.0°C (3.5°F).<sup>6</sup>

12.2 With ethylene glycol, the following criteria shall be used for judging the acceptability of results:

12.2.1 *Single-Operator Precision*—The single-operator standard deviation has been found to be 0.72°C (1.29°F). Therefore, results of two properly conducted tests by the same operator on the same sample of bitumen should not differ by more than 2.0°C (3.5°F).<sup>6</sup>

12.2.2 *Multilaboratory Precision*—The multilaboratory standard deviation has been found to be 1.08°C (1.95°F). Therefore, results of two properly conducted tests on the same sample of bitumen from two laboratories should not differ by more than 3.0°C (5.5°F).<sup>6</sup>

<sup>6</sup> These numbers represent, respectively, the (1S) and (D2S) limits as described in Practice C 670.

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.*





## Standard Test Method for Penetration of Bituminous Materials<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 5; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

*This method has been approved for use by agencies of the Department of Defense and for listing in the DoD Index of Specifications and Standards.*

### 1. Scope

1.1 This test method covers determination of the penetration of semi-solid and solid bituminous materials. Materials having penetrations below 350 can be tested by the standard apparatus and procedure described. Materials having penetrations between 350 and 500 can be determined using the special apparatus and modifications given in 9.3.

1.2 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of whoever uses this standard to consult and establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Documents

- 2.1 *ASTM Standards:*  
 C 670 Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction Materials<sup>2</sup>  
 D 2398 Test Method for Softening Point of Bitumen in Ethylene Glycol (Ring-and-Ball)<sup>3</sup>  
 E 1 Specification for ASTM Thermometers<sup>4</sup>  
 E 77 Method for Inspection and Verification of Liquid-in-Glass Thermometers<sup>4</sup>
- 2.2 *ANSI Standards:*  
 B 46.1 Surface Texture
- 2.3 *IP Standards:*  
 IP Standard Thermometers

### 3. Definition

3.1 *penetration*—consistency of a bituminous material expressed as the distance in tenths of a millimeter that a standard needle vertically penetrates a sample of the material under known conditions of loading, time, and temperature.

### 4. Summary of Method

4.1 The sample is melted and cooled under controlled conditions. The penetration is measured with a penetrometer by means of which a standard needle is applied to the sample under specific conditions.

### 5. Significance and Use

5.1 The penetration test is used as a measure of consistency. Higher values of penetration indicate softer consistency.

### 6. Apparatus

6.1 *Penetration Apparatus*—Any apparatus that permits the needle holder (spindle) to move vertically without measurable friction and is capable of indicating the depth of penetration to the nearest 0.1 mm, will be acceptable. The weight of the spindle shall be  $47.5 \pm 0.05$  g. The total weight of the needle and spindle assembly shall be  $50.0 \pm 0.05$  g. Weights of  $50 \pm 0.05$  g and  $100 \pm 0.05$  g shall also be provided for total loads of 100 g and 200 g, as required for some conditions of the test. The surface on which the sample container rests shall be flat and the axis of the plunger shall be at approximately  $90^\circ$  to this surface. The spindle shall be easily detached for checking its weight.

#### 6.2 Penetration Needle:

6.2.1 The needle (see Fig. 1) shall be made from fully hardened and tempered stainless steel, Grade 440-C or equal, HRC 54 to 60. It shall be approximately 50 mm (2 in.) in length and 1.00 to 1.02 mm (0.0394 to 0.0402 in.) in diameter. It shall be symmetrically tapered at one end by grinding to a cone having an angle between  $8.7$  and  $9.7^\circ$  over the entire cone length. The cone should be coaxial with the straight body of the needle. The total axial variation of the intersection between the conical and straight surfaces shall not be in excess of 0.2 mm (0.008 in.). The truncated tip of the cone shall be within the diameter limits of 0.14 and 0.16 mm (0.0055 and 0.0063 in.) and square to the needle axis within  $2^\circ$ . The entire edge of the truncated surface at the tip shall be sharp and free of burrs. When surface texture is measured in accordance with American National Standard B46.1 or the United Kingdom equivalent, the surface roughness height of the tapered cone surface shall be 0.2 to 0.3  $\mu\text{m}$  (8 to 12  $\mu\text{in.}$ ) arithmetic average. The needle shall be mounted in a brass or stainless steel ferrule and the exposed length shall be within the limits of 40 and 45 mm (1.57 and

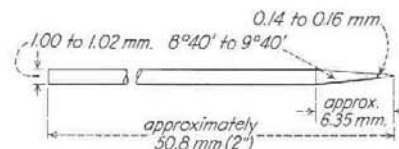


FIG. 1 Needle for Penetration Test

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-4 on Road and Paving Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D04.44 on Rheological Tests.

Current edition approved April 25, 1986. Published May 1986. Originally published as D 5 - 59 T. Last previous edition D 5 - 83.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 04.03.

<sup>3</sup> Discontinued— see 1984 Annual Book of ASTM Standards, Vol 04.04.

<sup>4</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.03.

 D 5

1.77 in.). The ferrule shall be  $3.2 \pm 0.05$  mm ( $0.12 \pm 0.003$  in.) in diameter and  $38 \pm 1$  mm ( $1.50 \pm 0.04$  in.) in length. The needle shall be rigidly mounted in the ferrule. The run-out (total-indicator reading) of the needle tip and any portion of the needle relative to the ferrule axis shall not exceed 1 mm (0.04 in.). The weight of the ferrule needle assembly shall be  $2.50 \pm 0.05$  g. (A drill hole at the end of the ferrule or a flat on the side is permissible to control the weight.) Individual identification markings shall be placed on the ferrule of each needle; the same markings shall not be repeated by a manufacturer within a 3-year period.

6.2.2 Needles used in testing materials for conformance to specifications shall be shown to have met the requirements of 6.2.1 when tested by a qualified agency.

NOTE 1—In the United States the manufacturer or commercial laboratories will certify the test needles for conformance to the permissible variations. In the United Kingdom the National Physical Laboratory will certify needles.

6.3 *Sample Container*—A metal or glass cylindrical, flat-bottom container of essentially the following dimensions shall be used:

|                                       |    |
|---------------------------------------|----|
| For penetrations below 200:           |    |
| Diameter, mm                          | 55 |
| Internal depth, mm                    | 35 |
| For penetrations between 200 and 350: |    |
| Diameter, mm                          | 70 |
| Internal depth, mm                    | 45 |

NOTE 2—In the United States containers known as tin boxes or as seamless ointment boxes may be obtained in dimensions approximating the above requirements. A 3-oz container is used for penetrations below 200 and a 6-oz container is used for penetrations between 200 and 350.

6.4 *Water Bath*—A bath having a capacity of at least 10 litres and capable of maintaining a temperature of  $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$  or any other temperature of test within  $0.1^\circ\text{C}$ . The bath shall have a perforated shelf supported in a position not less than 50 mm from the bottom and not less than 100 mm below the liquid level in the bath. If penetration tests are to be made in the bath itself, an additional shelf strong enough to support the penetrometer shall be provided. Brine may be used in the bath for determinations at low temperatures.

NOTE 3—The use of distilled water is recommended for the bath. Take care to avoid contamination of the bath water by surface active agents, release agents, or other chemicals; as their presence may affect the penetration values obtained.

6.5 *Transfer Dish*—When used, the transfer dish shall have a capacity of at least 350 mL and of sufficient depth of water to cover the large sample container. It shall be provided with some means for obtaining a firm bearing and preventing rocking of the container. A three-legged stand with three-point contact for the sample container is a convenient way of ensuring this.

6.6 *Timing Device*—For hand-operated-penetrometers any convenient timing device such as an electric timer, a stop watch, or other spring activated device may be used provided it is graduated in 0.1 s or less and is accurate to within  $\pm 0.1$  s for a 60-s interval. An audible seconds counter adjusted to provide 1 beat each 0.5 s may also be used. The time for a 11-count interval must be  $5 \pm 0.1$  s. Any automatic timing device attached to a penetrometer must be accurately calibrated to provide the desired test interval within  $\pm 0.1$  s.

6.7 *Thermometers*—Calibrated liquid-in-glass thermometers of suitable range with subdivisions and maximum scale error of  $0.1^\circ\text{C}$  ( $0.2^\circ\text{F}$ ) or any other thermometric device of equal accuracy, precision and sensitivity shall be used. Thermometers shall conform to the requirements of Specification E 1.

6.7.1 Suitable thermometers commonly used are:

| ASTM Number | Range   |
|-------------|---|
| 17C or 17F  | 19 to $27^\circ\text{C}$ (66 to $80^\circ\text{F}$ )    |
| 63C or 63F  | $-8$ to $+32^\circ\text{C}$ (18 to $89^\circ\text{F}$ ) |
| 64C or 64F  | 25 to $55^\circ\text{C}$ (77 to $131^\circ\text{F}$ )   |

6.7.2 The thermometer used for the water bath shall periodically be calibrated in accordance with Method E 77.

## 7. Preparation of Test Specimen

7.1 Heat the sample with care, stirring when possible to prevent local overheating, until it has become sufficiently fluid to pour. In no case should the temperature be raised to more than  $60^\circ\text{C}$  above the expected softening point for tar pitch in accordance with Test Method D 2398, or to more than  $90^\circ\text{C}$  above for asphalt (bitumen). Do not heat samples for more than 30 min. Avoid incorporating bubbles into the sample.

7.2 Pour the sample into the sample container to a depth such that, when cooled to the temperature of test, the depth of the sample is at least 10 mm greater than the depth to which the needle is expected to penetrate. Pour two separate portions for each variation in test conditions.

7.3 Loosely cover each container as a protection against dust (a convenient way of doing this is by covering with a lipped beaker) and allow to cool in an atmosphere at a temperature between 15 and  $30^\circ\text{C}$  for 1 to  $1\frac{1}{2}$  h for the small container and  $1\frac{1}{2}$  to 2 h for the larger. Then place the two samples together with the transfer dish, if used, in the water bath maintained at the prescribed temperature of test. Allow the smaller (3 oz) container to remain for 1 to  $1\frac{1}{2}$  h and the larger (6 oz) container to remain for  $1\frac{1}{2}$  to 2 h.

## 8. Test Conditions

8.1 Where the conditions of test are not specifically mentioned, the temperature, load, and time are understood to be  $25^\circ\text{C}$  ( $77^\circ\text{F}$ ), 100 g, and 5 s, respectively. Other conditions may be used for special testing, such as the following:

| Temperature, $^\circ\text{C}$ ( $^\circ\text{F}$ ) | Load, g | Time, s |
|--|---------|---------|
| 0 (32)   | 200     | 60      |
| 4 (39.2)   | 200     | 60      |
| 46.1 (115)   | 50      | 5       |

In such cases the specific conditions of test shall be reported.

## 9. Procedure

9.1 Examine the needle holder and guide to establish the absence of water and other extraneous matter. Clean a penetration needle with toluene or other suitable solvent, dry with a clean cloth, and insert the needle in the penetrometer (Note 4). Unless otherwise specified place the 50-g weight above the needle, making the total moving load  $100 \pm 0.1$  g. If tests are made with the penetrometer in the bath, place the sample container directly on the submerged stand of the penetrometer. Keep the sample container completely covered with the water in the bath. If the tests are made with the





penetrometer outside the bath, place the sample container in the transfer dish, cover the container completely with water from the constant temperature bath and place the transfer dish on the stand of the penetrometer. In either case, position the needle by slowly lowering it until its tip just makes contact with the surface of the sample. This is accomplished by bringing the actual needle tip into contact with its image reflected by the surface of the sample from a properly placed source of light (Note 5). Either note the reading of the penetrometer dial or bring the pointer to zero. Quickly release the needle holder for the specified period of time and adjust the instrument to measure the distance penetrated in tenths of a millimetre. If the container moves, ignore the result.

NOTE 4—For certain types of asphalts erratic results are sometimes obtained. When this occurs, the customary practice in the United Kingdom is to pretreat the needles by immersing them for 5 min in a 1 % solution of oleic acid prior to drying and running the test. This practice is not followed in the United States.

NOTE 5—The positioning of the needle can be materially aided by using an illuminated methyl methacrylate tube.

9.2 Make at least three determinations at points on the surface of the sample not less than 10 mm from the side of the container and not less than 10 mm apart. If the transfer dish is used, return the sample and transfer dish to the constant temperature bath between determinations. Use a clean needle for each determination. If the penetration is greater than 200, use at least three needles leaving them in the sample until the three determinations have been completed.

NOTE 6—For referee tests, penetrations at temperatures other than 25°C (77°F) should be made without removing the sample from the bath.

9.3 The needles, containers, and other conditions described in this method provide for determinations of penetrations up to 350. However, the method may be used for direct determinations up to 500 provided special containers and needles are used. The container shall be at least 60 mm in depth. The over-all volume of material in the container should not exceed 125 mL to permit proper temperature adjustment of the sample.

9.3.1 Specially made needles for such determination shall meet all the requirements of 6.2 for dimensions and weight except that the minimum exposed length of the needle shall be 50 mm.

9.3.2 An approximation of the penetration of such high penetration materials may also be obtained by determining the penetration using the standard needle and 6-oz container but with a 50-g loading. The penetration is then calculated by multiplying the result for the 50-g load by the square root of 2. That is:

$$\text{Penetration under 100-g load} = \text{penetration under 50-g load} \times 1.414$$

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.*

TABLE 1 Precision Criteria

| Material  | Standard Deviation or Coefficient of Variation (IS) or (IS %) | Acceptable Range of Two Test Results (D2S) or (D2S %) |
|---|---|---|
| Single-operator precision:  |   |   |
| Asphalts at 77°F (25°C) below 50 penetration, units                     | 0.35  | 1   |
| Asphalts at 77°F (25°C) 50 penetration and above, percent of their mean | 1.1   | 3   |
| Tar pitches at 77°F (25°C) <sup>A</sup> percent of their mean           | 5.2   | 15  |
| Multilaboratory precision:  |   |   |
| Asphalts at 77°F (25°C) below 50 penetration, units                     | 1.4   | 4   |
| Asphalts at 77°F (25°C) 50 penetration and above, percent of their mean | 2.8   | 8   |
| Tar pitches at 77°F (25°C) <sup>A</sup> units                           | 1.4   | 4   |

<sup>A</sup> Estimates of precision for tar pitches are based on results from 2 pitches with penetration of 7 and 24. Estimates may not be applicable to appreciably harder or softer materials.

The report of results obtained by this procedure shall indicate the basis of the test.

10. Report

10.1 Report to nearest whole unit the average of three penetrations whose values do not differ by more than the following:

| Penetration   | 0 to 49 | 50 to 149 | 150 to 249 | 250 |
|---|---------|-----------|------------|-----|
| Maximum difference between highest and lowest determination | 2       | 4         | 6          | 8   |

10.1.1 If the differences are exceeded repeat the test using the second sample.

10.1.2 If the appropriate tolerance is again exceeded, ignore all results and repeat the test completely.

11. Precision and Bias (Note 7)

11.1 Criteria for judging the acceptability of penetration results obtained by this method are given in Table 1. The figures given in Column 2 of Table 1 are the standard deviations or coefficients of variation that have been found to be appropriate for the materials and conditions of test described in Column 1. The figures given in Column 3 are the limits that should not be exceeded by the difference between the results of two properly conducted tests. The range of two acceptable results for single operation precision is often referred to as repeatability. The range for multilaboratory precision is often referred to as reproducibility. A "test result" is the average of acceptable penetrations as described in Section 10.

NOTE 7—For definition of terms and significance of the parameters indicated reference should be made to Practice C 670.



Designation: D 8 - 91

## Standard Terminology Relating to Materials for Roads and Pavements<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 8; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

### BITUMINOUS MATERIALS

#### *Relating in General to Bituminous Materials*

**anionic emulsion**—a type of emulsion such that a particular emulsifying agent establishes a predominance of negative charges on the discontinuous phase.

**bitumen**—a class of black or dark-colored (solid, semisolid, or viscous) cementitious substances, natural or manufactured, composed principally of high molecular weight hydrocarbons, of which asphalts, tars, pitches, and asphaltites are typical.

**bituminous, *adj.***—containing or treated with bitumen (also *bituminized*). Examples: bituminous concrete, bituminized felts and fabrics, bituminous pavement.

**bituminous emulsion**—(1) a suspension of minute globules of bituminous material in water or in an aqueous solution, (2) a suspension of minute globules of water or of an aqueous solution in a liquid bituminous material.

**cationic emulsion**—a type of emulsion such that a particular emulsifying agent establishes a predominance of positive charges on the discontinuous phase.

**cut-back asphalt**—petroleum residuum (asphalt) which has been blended with petroleum distillates.

*DISCUSSION*—Slow-curing materials may be made directly by distillation and are often referred to as road oils.

**cut-back products**—petroleum or tar residuums which have been blended with distillates.

**flux**—a bituminous material, generally liquid, used for softening other bituminous materials.

#### *Relating Specifically to Petroleum or Asphalts*

**asphalt**—a dark brown to black cementitious material in which the predominating constituents are bitumens which occur in nature or are obtained in petroleum processing.

**asphalt cement**—a fluxed or unfluxed asphalt specially prepared as to quality and consistency for direct use in the manufacture of bituminous pavements, and having a penetration at 25°C (77°F) of between 5 and 300, under a load of 100 g applied for 5 s.

**asphaltenes**—the high molecular weight hydrocarbon fraction precipitated from asphalt by a designated paraffinic naphtha solvent at a specified solvent-asphalt ratio.

*DISCUSSION*—The asphaltene fraction should be identified by the solvent and solvent-asphalt ratio used.

**asphalt rock (rock asphalt)**—a naturally occurring rock formation, usually limestone or sandstone, impregnated throughout its mass with a minor amount of bitumen.

**asphalt-rubber**—a blend of asphalt cement, reclaimed tire rubber, and certain additives in which the rubber component is at least 15 % by weight of the total blend and has reacted in the hot asphalt cement sufficiently to cause swelling of the rubber particles.

**naphthene-aromatics**—a mixture of naphthenic and aromatic hydrocarbons which are adsorbed from a paraffinic solvent on an adsorbent during percolation and then desorbed with an aromatic solvent such as toluene.

*DISCUSSION*—The naphthene-aromatics fraction should be identified by the solvent, the solvent-asphalt ratio and the absorbing medium.

**native asphalt**—asphalt occurring as such in nature.

**polar-aromatics**—a polar aromatic hydrocarbon fraction that is adsorbed on an adsorbing medium from a paraffinic solvent during percolation and then desorbed with a chlorinated hydrocarbon solvent such as trichloroethylene.

*DISCUSSION*—The polar-aromatics fraction should be identified by the solvent, the solvent-asphalt ratio and the absorbing medium.

**reclaimed asphalt pavement (RAP)**—asphalt pavement or paving mixture removed from its original location for use in recycled asphalt paving mixture.

**recycled asphalt paving mixture**—a mixture of reclaimed asphalt pavement with the inclusion, if required, of asphalt cement, emulsified asphalt, cut-back asphalt, recycling agent, mineral aggregate, and mineral filler.

**recycling agent (RA)**—a blend of hydrocarbons with or without minor amounts of other materials that is used to alter or improve the properties of the aged asphalt in a recycled asphalt paving mixture.

**rock asphalt**—see **asphalt rock**.

**saturates**—a mixture of paraffinic and naphthenic hydrocarbons that on percolation in a paraffinic solvent are not adsorbed on the adsorbing medium. Other compounds such as naphthenic and polar aromatics are adsorbed thus permitting the separation of the saturate fraction.

*DISCUSSION*—The saturates fraction should be identified by the solvent, the solvent-asphalt ratio and the absorbing medium.

#### *Relating Specifically to Tars and Pitches*

**coal tar**—a dark brown to black cementitious material produced by the destructive distillation of bituminous coal.

**coke-oven tar**—coal tar produced in by-product coke ovens in the manufacture of coke from bituminous coal.

**“free-carbon” in tars**—the hydrocarbon fraction that is precipitated from a tar by dilution with carbon disulfide or benzene.

<sup>1</sup> This terminology is under the jurisdiction of ASTM Committee D-4 on Road and Paving Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D04.91 on Editorial and Definitions.

Current edition approved Feb. 19, 1991. Published April 1991. Originally published as D 8 - 12. Last previous edition D 8 - 89.



 D 8

**gas-house coal tar**—coal tar produced in gas-house retorts in the manufacture of illuminating gas from bituminous coal.

**oil-gas tars**—tars produced by cracking oil vapors at high temperatures in the manufacture of oil gas.

**itches**—black or dark-brown solid cementitious materials which gradually liquefy when heated and which are obtained as residua in the partial evaporation or fractional distillation of tar.

**refined tar**—tar freed from water by evaporation or distillation which is continued until the residue is of desired consistency; or a product produced by fluxing tar residuum with tar distillate.

**straight-run pitch**—a pitch run to the consistency desired in the initial process of distillation and without subsequent fluxing.

**tar**—brown or black bituminous material, liquid or semi-solid in consistency, in which the predominating constituents are bitumens obtained as condensates in the destructive distillation of coal, petroleum, oil-shale, wood, or other organic materials, and which yields substantial quantities of pitch when distilled.

*Relating Specifically to Tests*

**normal temperature**—as applied to laboratory observations of the physical characteristics of bituminous materials, 25°C (77°F).

**penetration**—the consistency of a bituminous material expressed as the distance in tenths of a millimetre (0.1 mm) that a standard needle penetrates vertically a sample of the material under specified conditions of loading, time, and temperature.

*Relating Specifically to Bituminous Mixing Plants*

**aggregate storage bins**—bins that store the necessary aggregate sizes and feed them to the dryer in substantially the same proportions as are required in the finished mix.

**automatic cycling control**—a control system in which the opening and closing of the weigh hopper discharge gate, the bituminous discharge valve, and the pugmill discharge gate are actuated by means of self-acting mechanical or electrical machinery without any intermediate manual control. The system includes preset timing devices to control the desired periods of dry and wet mixing cycles.

**automatic dryer control**—a system that automatically maintains the temperature of aggregates discharged from the dryer within a preset range.

**automatic proportioning control**—a system in which proportions of the aggregate and bituminous fractions are controlled by means of gates or valves which are opened and closed by means of self-acting mechanical or electronic machinery without any intermediate manual control.

**batch plant**—a manufacturing facility for producing bituminous paving mixtures that proportions the aggregate constituents into the mix by weighed batches and adds bituminous material by either weight or volume.

**continuous mix plant**—a manufacturing facility for producing bituminous paving mixtures that proportions the aggregate and bituminous constituents into the mix by a continuous volumetric proportioning system without definite batch intervals.

**delivery tolerances**—permissible variations from the exact desired proportions of aggregate and bituminous material as delivered into the pugmill.

**digital recorder**—an instrument that prints the weight of material or materials in digital form on a tape or ticket.

**drum mix plant**—a manufacturing facility for producing bituminous paving mixtures that continuously proportions aggregates, heats and dries them in a rotating drum, and simultaneously mixes them with a controlled amount of bituminous material. The same plant may produce cold-mixed bituminous paving mixtures without heating and drying the aggregates.

**dry mixing period**—the interval of time between the beginning of the charge of dry aggregates into the pugmill and the beginning of the application of bituminous material.

**dryer**—an apparatus that will dry the aggregates and heat them to the specified temperatures.

**graphic recorder**—an instrument that scribes a line or lines on a chart simultaneously with the indication of the scale or meter as the materials are being weighed.

**hot aggregate storage bins**—bins that store the heated and separated aggregates prior to their final proportioning into the mixer.

**manual cycling control**—a control system in which the opening and closing of the weigh hopper gate, the bituminous discharge valve, and the pugmill discharge gate are controlled by manual means, with or without assist devices or time locking device or both, which prevent premature opening of the gates or valves.

**manual proportioning control**—a control system in which proportions of the aggregate and bituminous fractions are controlled by means of gates or valves which are opened and closed by manual means. The system may or may not include power assist devices in the actuation of gate and valve opening and closing.

**plant screens**—screens located between the dryer and hot bins which separate the heated aggregates into the proper hot bin sizes.

**proportioning tolerance interlock**—a device that prevents continuance of the proportioning cycle when a component quantity varies outside of a preset range.

**pugmill**—a device for mixing the separate hot aggregate and bituminous components into a homogenous bituminous concrete ready for discharge into a delivery vehicle.

**recording device**—a device that presents a record that is unquestionably legible and permanent.

**time locking device**—an interlocking system automatically locking the weigh box gate after the mixer is charged; locking out the bituminous material throughout the dry mix cycle; and locking the mixer throughout the dry and wet mixing cycles.

**weigh box**—a weigh box or hopper in weigh batch plants connected with the scales, which weighs each aggregate fraction before dropping the aggregates into the pugmill.

**wet mixing period**—the interval of time between the beginning of application of bituminous material and the opening of the mixer gate.



D 8

### BITUMEN-AGGREGATE MIXTURES

*Relating in General to Combinations of Bituminous Material and Aggregate that are Mixed, Spread on the Job-site, and Compacted*

- maintenance mix**—a mixture of bituminous material and mineral aggregate applied at ambient temperature for use in patching holes, depressions, and distress areas in existing pavements using appropriate hand or mechanical methods in placing and compacting the mix. These mixes may be designed for immediate use or for use out of a stockpile at a later time without further processing.
- mixed-in-place (road mix)**—a bituminous surface or base course produced by mixing mineral aggregate and cut-back asphalt, bituminous emulsion, or tar at the job-site by means of travel plants, motor graders, drags, or special road-mixing equipment. Open or dense-graded aggregates, sand, and sandy soil may be used.
- plant mix, cold-laid**—a mixture of cut-back asphalt, bituminous emulsion, or tar and mineral aggregate prepared in a central bituminous mixing plant and spread and compacted at the job-site when the mixture is at or near ambient temperature.
- plant mix, hot-laid bituminous emulsion mixtures**—a mixture of emulsion and heated mineral aggregate usually prepared in a conventional asphalt plant or drum mixer and spread and compacted at the job site at a temperature above ambient.
- slurry seal**—an application of a fluid mixture of bituminous emulsion, fine aggregate, mineral filler, and water to an existing pavement. Single or multiple applications may be used.
- tar concrete, cold-laid**—a plant mix containing a medium-viscosity grade of tar and a graded mineral aggregate, designed to be laid either shortly after mixing or when the mixture is at or near ambient temperature.
- tar concrete, hot laid**—a plant mix containing a high-viscosity grade of tar and a densely graded mineral aggregate designed to be laid at or near the elevated temperature of mixing.

### BITUMEN—AGGREGATE APPLICATIONS

*Relating in General to the Application of Bituminous Material on Prepared Aggregate or Pavement Surfaces which are Covered with Mineral Aggregate*

- penetration macadam**—a pavement layer containing essentially one-size coarse aggregate, penetrated in place by a heavy application of bituminous material, followed by an application of a smaller size coarse aggregate, and compacted. Multiple layers containing still smaller coarse aggregate may be used.
- surface treatment**—an application of bituminous material followed by a layer of mineral aggregate. Multiple applications of bituminous material and mineral aggregate may be used.

### BITUMEN APPLICATIONS

*Relating in General to the Uses of Sprayed Bituminous Materials not Involving the Use of Aggregates*

- crack filler**—bituminous material used to fill and seal cracks in existing pavements.

**dust binder**—a light application of bituminous material for the express purpose of laying and bonding loose dust.

**fog seal**—a light application of bituminous material to an existing pavement as a seal to inhibit raveling, or to seal the surface, or both. Medium and slow-setting bituminous emulsions are usually used and may be diluted with water.

**mulch treatment**—a spray application of bituminous material used to temporarily stabilize a recently seeded area. The bituminous material can be applied to the soil or to straw or hay mulch as a tie-down, also.

**prime coat**—an application of a low-viscosity bituminous material to an absorptive surface, designed to penetrate, bond, and stabilize this existing surface and to promote adhesion between it and the construction course that follows.

**tack coat (bond coat)**—an application of bituminous material to an existing relatively nonabsorptive surface to provide a thorough bond between old and new surfacing.

### NONBITUMINOUS MATERIALS

*Relating in General to Nonbituminous Materials*

- aggregate**—a granular material of mineral composition such as sand, gravel, shell, slag, or crushed stone, used with a cementing medium to form mortars or concrete, or alone as in base courses, railroad ballasts, etc.
- crusher-run**—the total unscreened product of a stone crusher.
- dense-graded aggregate**—an aggregate that has a particle size distribution such that when it is compacted, the resulting voids between the aggregate particles, expressed as a percentage of the total space occupied by the material, are relatively small.
- fractured face**—an angular, rough, or broken surface of an aggregate particle created by crushing, by other artificial means, or by nature.
- macadam, dry-bound and water bound**—a pavement layer containing essentially one-size coarse aggregate choked in place with an application of screenings or sand; water is applied to the choke material for water-bound macadam. Multiple layers must be used.
- open-graded aggregate**—an aggregate that has a particle size distribution such that when it is compacted, the voids between the aggregate particles, expressed as a percentage of the total space occupied by the material, remain relatively large.
- rubble**—rough stones of irregular shapes and sizes, broken from larger masses either naturally or artificially, as by geological action, in quarrying, or in stone cutting or blasting.
- screenings**—a residual product resulting from the artificial crushing of rock, boulders, cobble, gravel, blast-furnace slag or hydraulic cement concrete, all of which passed the smallest screen used with the crushing operation and most of which passed the No. 8 sieve.
- soil aggregate**—natural or prepared mixtures consisting predominantly of stone, gravel, or sand which contain a significant amount of minus No. 200 (0.075-mm) silt-clay material.



 D 8

**stone chips**—small angular fragments of stone containing no dust.

*Relating Specifically to Materials*

**bank gravel**—gravel found in natural deposits, usually more or less intermixed with fine material, such as sand or clay, or combinations thereof; gravelly clay, gravelly sand, clayey gravel, and sandy gravel indicate the varying proportions of the materials in the mixture.

**blast-furnace slag**—the nonmetallic product, consisting essentially of silicates and aluminosilicates of lime and of other bases, that is developed simultaneously with iron in a blast furnace.

**clinker**—generally a fused or partly fused by-product of the combustion of coal, but also including lava and portland-

cement clinker, and partly vitrified slag and brick.

**steel slag**—the nonmetallic product consisting essentially of calcium silicates and ferrites combined with fused oxides of iron, aluminum, manganese, calcium and magnesium, that is developed simultaneously with steel in basic oxygen, electric, or open hearth furnaces.

*Relating Specifically to Tests*

**mesh**—the square opening of a sieve.

**screen**—in laboratory work an apparatus, in which the apertures are circular, for separating sizes of material.

**sieve**—in laboratory work an apparatus, in which the apertures are square, for separating sizes of material.

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.*

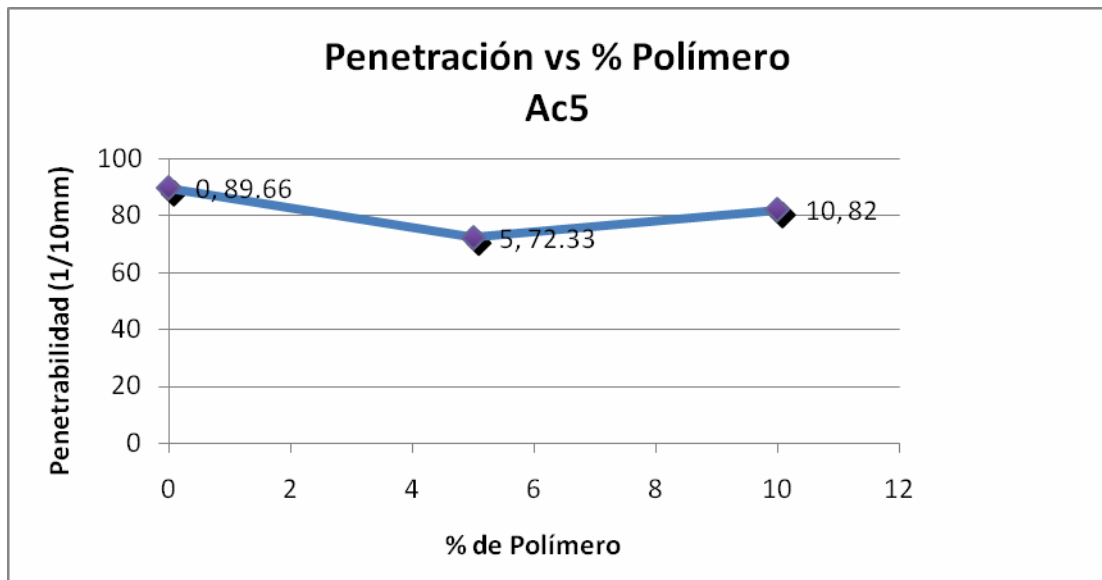
**Apéndice IV (Gráficas individuales)**

Tablas y Gráficas

**Ensayos de Penetración**

Tabla.I

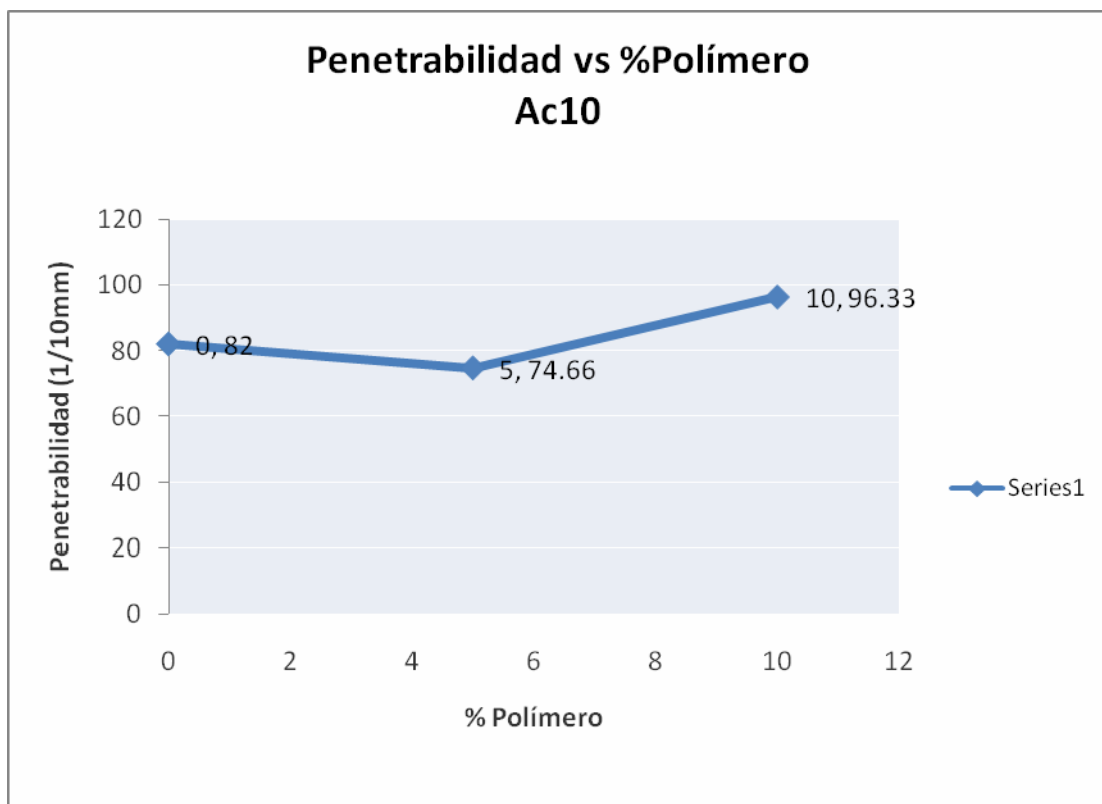
| % de Polímero | Penetrabilidad | %asfalto |
|---------------|----------------|----------|
| 0             | 89.66          | 5        |
| <b>5</b>      | <b>72.33</b>   | <b>5</b> |
| 10            | 82             | 5        |



Gráfica I

Tabla.II

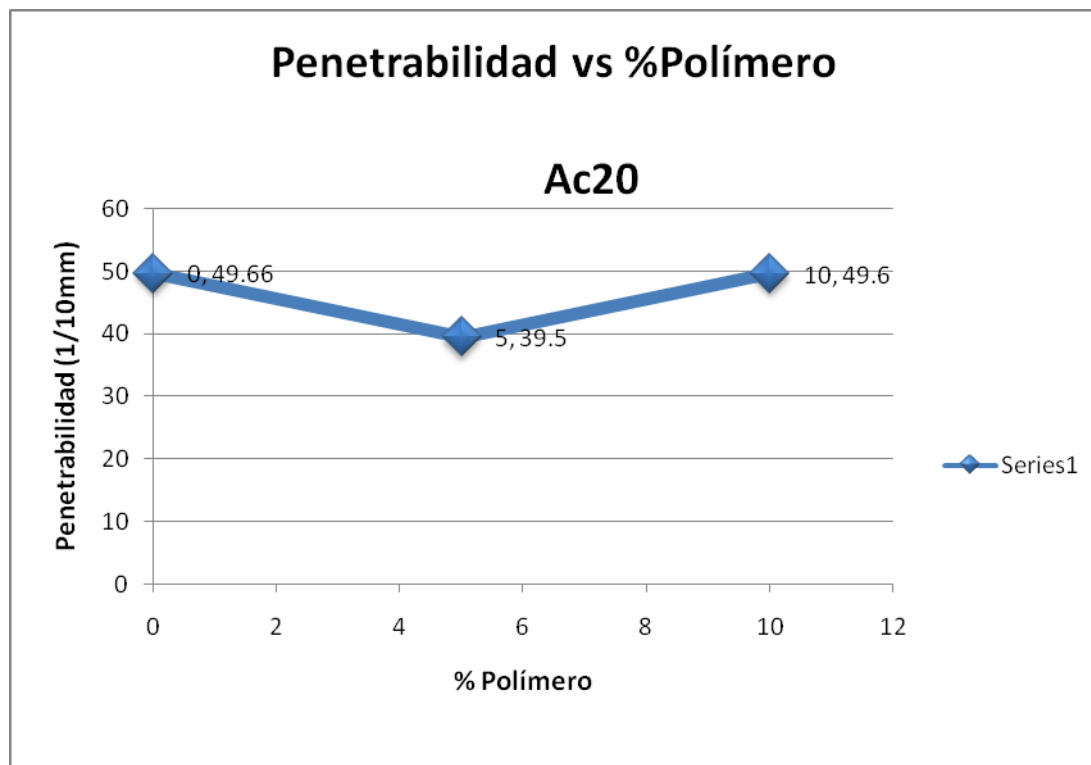
| % de Polímero | Penetrabilidad | % asfalto |
|---------------|----------------|-----------|
| 0             | 82             | 10        |
| <b>5</b>      | <b>74.66</b>   | <b>10</b> |
| 10            | 96.33          | 10        |



Gráfica II

Tabla. III

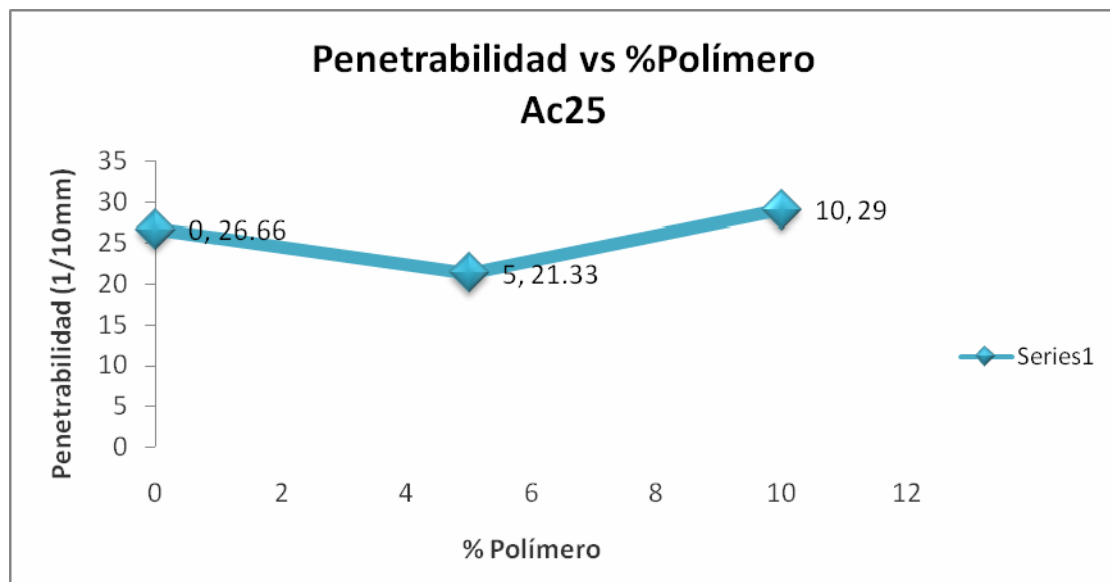
| % de Polímero | Penetrabilidad | %asfalto  |
|---------------|----------------|-----------|
| 0             | 49.66          | 20        |
| <b>5</b>      | <b>39.5</b>    | <b>20</b> |
| 10            | 49.6           | 20        |



Gráfica III

Tabla. IV

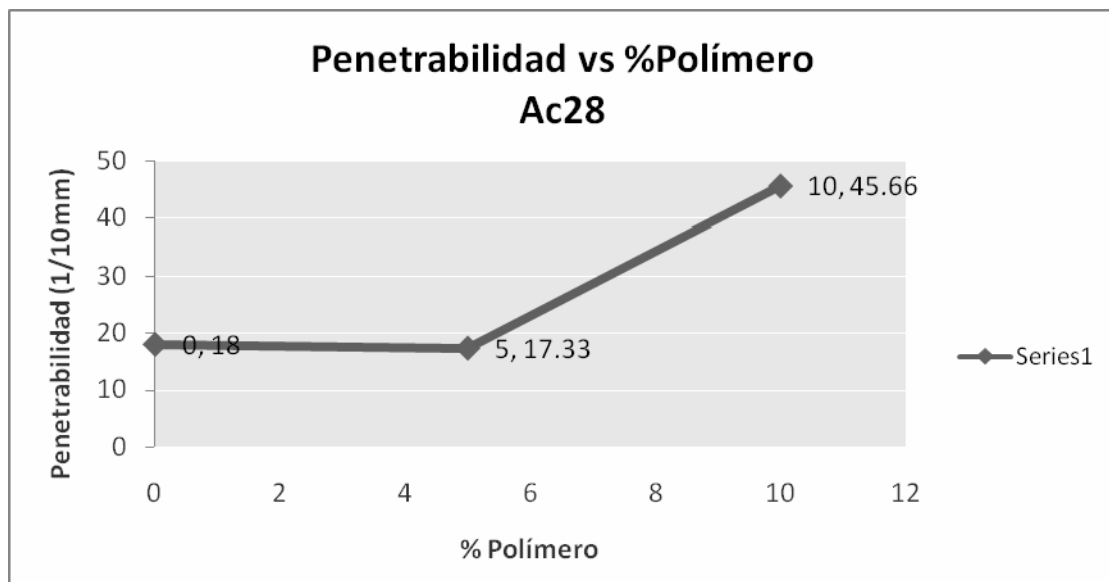
| % de Polímero | Penetrabilidad | %asfalto  |
|---------------|----------------|-----------|
| 0             | 26.66          | 25        |
| <b>5</b>      | <b>21.33</b>   | <b>25</b> |
| 10            | 29             | 25        |



Gráfica IV

Tabla. V

| %de Polímero | Penetrabilidad | %asfalto  |
|--------------|----------------|-----------|
| 0            | 18             | 28        |
| <b>5</b>     | <b>17.33</b>   | <b>28</b> |
| 10           | 45.66          | 28        |

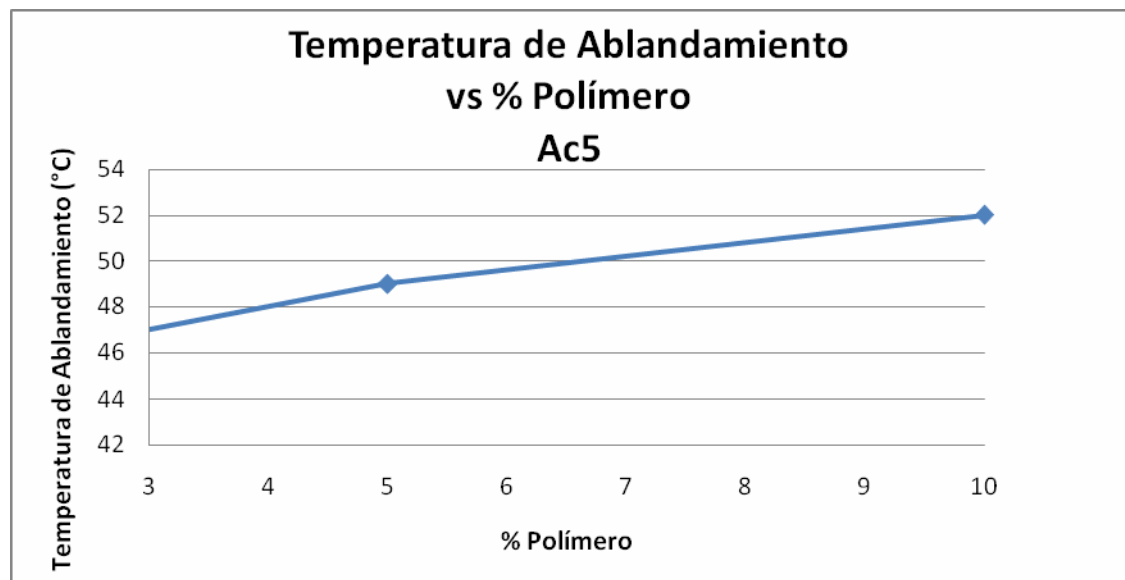


Gráfica V

## Ensayos de Ablandamiento

Tabla. VI

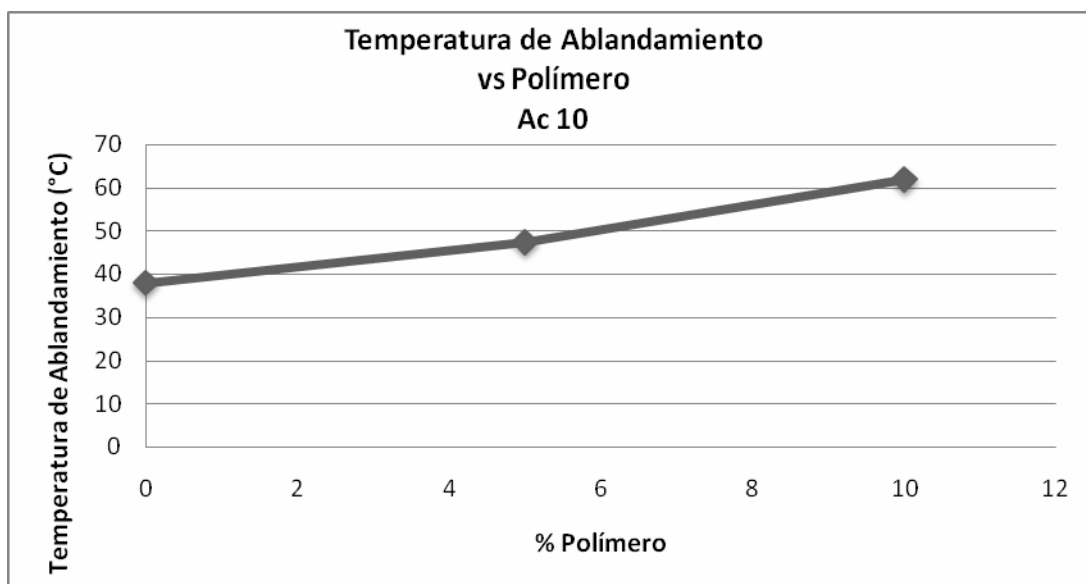
| % de Polímero | Temperatura de ablandamiento | % de asfalto |
|---------------|------------------------------|--------------|
| 0             | 44                           | 5            |
| 5             | 49                           | 5            |
| <b>10</b>     | <b>52</b>                    | <b>5</b>     |



Gráfica VI

Tabla. VII

| % de Polímero | Temperatura de ablandamiento | % de asfalto |
|---------------|------------------------------|--------------|
| 0             | 38                           | 10           |
| 5             | 47.5                         | 10           |
| <b>10</b>     | <b>62</b>                    | <b>10</b>    |

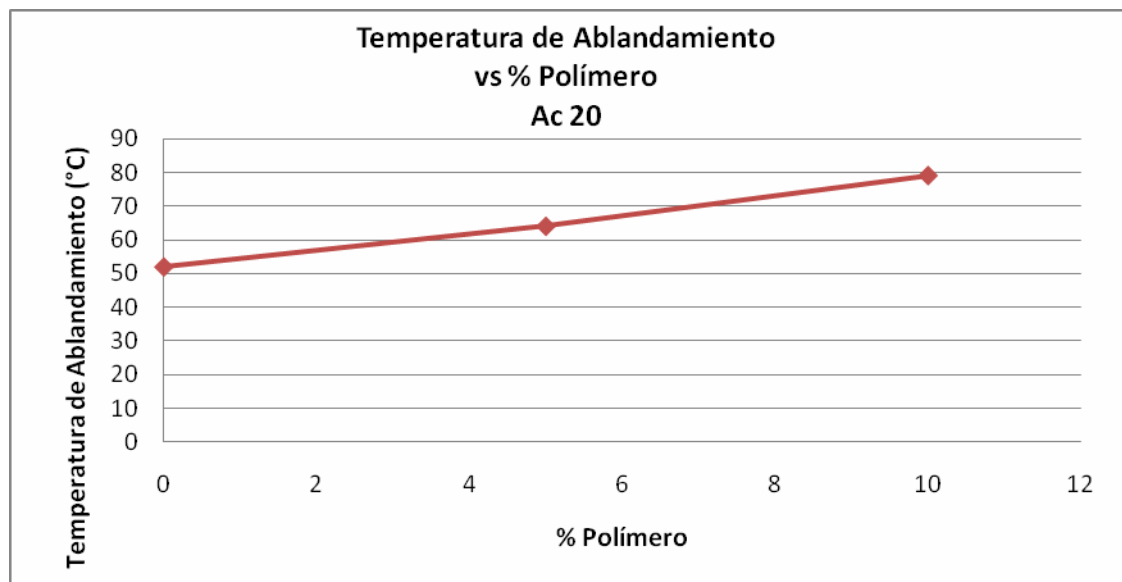


Gráfica VII



Tabla. VIII

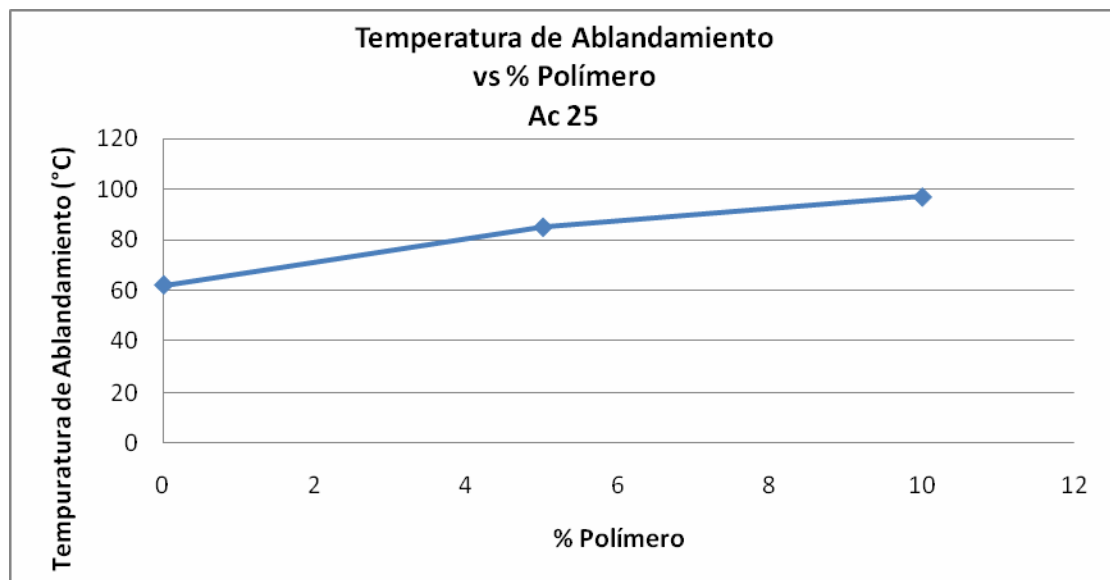
| % de Polímero | Temperatura de ablandamiento | % de asfalto |
|---------------|------------------------------|--------------|
| 0             | 52                           | 20           |
| 5             | 64                           | 20           |
| <b>10</b>     | <b>79</b>                    | <b>20</b>    |



Gráfica VIII

Tabla. IX

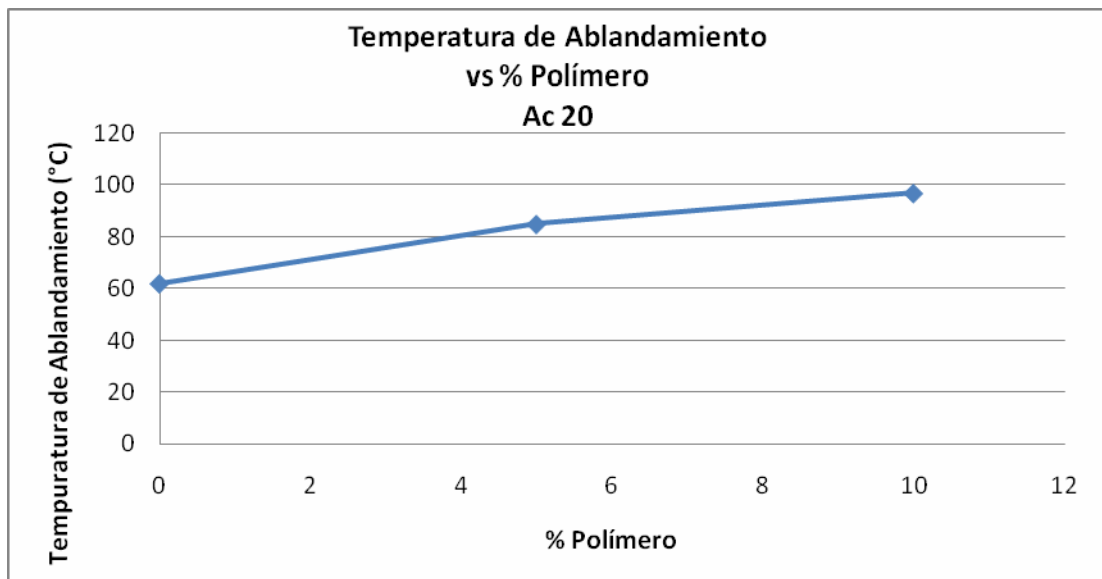
| % de Polímero | Temperatura de ablandamiento | % de asfalto |
|---------------|------------------------------|--------------|
| 0             | 62                           | 25           |
| 5             | 85                           | 25           |
| <b>10</b>     | <b>97</b>                    | <b>25</b>    |



Gráfica IX

Tabla. X

| % de polimero | Temperatura de ablandamiento | % de asfalto |
|---------------|------------------------------|--------------|
| 0             | 70                           | 28           |
| 5             | 88                           | 28           |
| <b>10</b>     | <b>92</b>                    | <b>28</b>    |



Gráfica X