



**UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE QUÍMICA**

“CARACTERIZACIÓN DE ASFALTOS  
MODIFICADOS CON COPOLÍMEROS TIPO SB Y  
SBS PUROS Y PARCIALMENTE HIDROGENADOS  
MEDIANTE ÍNDICE DE PENETRACIÓN Y  
MORFOLOGÍA”

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE :

**I N G E N I E R O Q U Í M I C O**

P R E S E N T A :

**G U S T A V O G A R C Í A G U Z M Á N**



MÉXICO, D.F.

2008



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. MANUEL FERNANDO RUBIO  
ARROYO.

Vocal PROF. RAFAEL HERRERA NÁJERA.

Secretario PROF. EDUARDO VIVALDO LIMA.

1er. Suplente PROF. RODOLFO RUIZ TREJO.

2º. Suplente PROF. LUIS MEDINA TORRES.

Sitio donde se desarrolló el tema:

Laboratorio 213 UNIPOL.

Conjunto E, Facultad de Química.

Universidad Nacional Autónoma de México.

Asesor del tema:

Supervisor técnico:

-----  
Dr. Rafael Herrera Nájera

-----  
I.Q. Rodolfo Ruiz Trejo

Sustentante:

-----  
Gustavo García Guzmán

## RESUMEN

En la modificación de asfalto, los copolímeros en bloque estireno-butadieno (SB) y estireno-butadieno-estireno (SBS) han demostrado que son los materiales más viables, pero poco se ha reportado sobre el comportamiento de asfalto modificado con copolímeros SB y SBS parcialmente hidrogenados. Por ello las modificaciones de asfalto en esta investigación, fueron hechas empleando copolímeros sin hidrogenar y sus versiones parcialmente hidrogenadas.

El procedimiento de caracterización, que ha sido desarrollado para evaluar la resistencia de los asfaltos AC-20 y AC-20 modificado, se llevó a cabo por medio de pruebas de temperatura de ablandamiento (TA) y penetración (PE), índice de penetración (IP) y el contraste con las morfologías vistas por medio de la técnica de microscopía de fluorescencia.

Los resultados muestran ventajas de los asfaltos modificados con copolímeros SBR y SBS parcialmente hidrogenados, en términos de la resistencia térmica (parámetro de TA), de la resistencia a la carga (PE), y de la compatibilidad (análisis de las micrografías de fluorescencia).

La influencia del grado de hidrogenación en asfaltos modificados también se ve favorecida utilizando el parámetro de IP. Los valores de IP en estas muestras indican alta resistencia térmica (mayor TA), alta resistencia mecánica (menor PE) y baja susceptibilidad térmica (menor A), es decir, soportan grandes esfuerzos y sometimiento a variaciones bruscas de temperatura sin que por ello pierdan sus óptimas propiedades térmicas y mecánicas.

# AGRADECIMIENTOS Y DEDICATORIAS

## GENERALES.

A **Dios**, quien es mi Padre Eterno, y a mi **madre Feliciana**, a ambos les agradezco que hoy haya terminado mi tesis y no mi vida.

### **Agradezco también:**

A la **UNAM** por brindarme las facilidades y el apoyo en mi formación académica y humana.

A la **Facultad de Química** y su proyecto: PAPIIT IN114303-3

“Estudio de la modificación de asfalto con polímeros aniónicos con microestructura y morfología controladas”.

Junto a su responsable de proyecto: el Dr. Rafael Herrera Nájera. Laboratorio 213, Edificio “E”. Facultad de Química.

Gracias por el apoyo ofrecido.

Agradecimiento muy especial al **Dr. Rafael Herrera Nájera** por su tiempo, atención, dedicación y sabias palabras.

A mis **guías académicas**, los profesores:

Manuel Fernando Rubio, Eduardo Vivaldo, Rodolfo Ruiz, Luis Medina, Lena Ruiz, Adela Castillejos, Jesús Gumaro Viacobo, Guadalupe Costilla, Robert Johnson, Jorge Durán, Mirna Estrada, José Gpe. Pérez...

### **Dedico mi tesis a:**

A mis **hermanas**, a mis **hermanos** y a mi **padre**: Gudelia, Celi, Marcelina, Catalina, Martín, Gonzalo y Faustino; a mi **familia** en general, ya que todos ellos son más que sustentos, son ejemplos de amistad y son también ejemplos de vidas útiles y trabajadoras.

A mis **amig@s** que conozco desde Secu y Prepa; a mis amig@s de la(s) Facultad(es); a mis amig@s y alumn@s de las colonias: El Arenal (las cuatro secciones), López Mateos, Caracol, Jardines de Morelos y otras más; a mis compañer@s y amig@s relacionados con el laboratorio; a mis médicos y psicólog@s; a mis amigos de AA et al.; en fin **a todos** ellos y muchos otros, a todititos los que me apoyarán y apoyan en mis momentos más desafortunados.

Por eso les dedico mi tesis porque sin ustedes **yo...**

# ÍNDICE DE CAPÍTULOS

CAP		PÁG
1.	<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>1</b>
2.	<b>OBJETIVOS</b>	<b>3</b>
	2.1 Objetivo principal	3
	2.2 Objetivos secundarios	4
3.	<b>ANTECEDENTES</b>	<b>5</b>
	3.1 Asfaltos	5
	3.1.1 Definiciones	5
	3.1.2 Tipos	6
	3.1.3 Composición	7
	3.1.4 Modelo	8
	3.1.5 Características generales	9
	Asfalto	9
	Asfaltenos y maltenos	10
	Componentes de maltenos: resinas y aceites	11
	3.2 Polímeros	12
	3.2.1 Definición	12
	3.2.2 Tipos y arquitecturas	12
	Copolímeros hidrogenados	14
	3.2.3 Clasificaciones	17
	3.3 Asfaltos modificados	19
	3.3.1 Asfaltos modificados con copolímeros	20
	3.3.2 Asfaltos modificados con copolímeros parcialmente hidrogenados	20
	3.4 Descripción general de técnicas experimentales	21
	3.4.1 Modificación de asfalto	21
	3.4.2 Técnicas de caracterización	22
	3.5 Comportamiento de las mezclas de asfalto con copolímeros	23
	3.6 Interpretación de las pruebas de caracterización por medio del Índice de Penetración, IP	24
	3.6.1 Antecedentes	24
	3.6.2 Ecuación	25
	3.6.3 Susceptibilidad térmica, A	26
	3.6.4 Significado de los valores límite del IP	26

<b>4.</b>	<b>DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	<b>27</b>
4.1	Lista de las sustancias y los materiales principales	27
4.2	Tratamiento previo de copolímeros (modificación)	29
4.3	Modificación de asfalto con copolímeros	30
4.4	Prueba de la Temperatura de Ablandamiento, TA	32
4.5	Prueba de la Penetración, PE	33
4.6	Fotografías de microscopía, MF	34
<b>5.</b>	<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>35</b>
5.1	Temperatura de ablandamiento	37
5.2	Penetración (Condición de temperatura: 25°C)	43
5.3	Índice de penetración	49
5.4	Microscopía de Fluorescencia	55
<b>6.</b>	<b>CONCLUSIONES</b>	<b>63</b>
<b>7.</b>	<b>REFERENCIAS</b>	<b>64</b>
<b>8.</b>	<b>ANEXOS</b>	<b>66</b>

## LISTA DE FIGURAS

<i>FIGURA</i>	<i>NOMBRE DE LA FIGURA</i>	<i>PÁG</i>
1	<i>Componentes del asfalto: asfaltenos y maltenos (resinas, cíclicos y saturados)</i>	9
2	<i>Polimerización, reacción síntesis de monómeros para formar polímeros</i>	12
3	<i>Homopolímero, formado por únicamente un solo tipo de monómero</i>	12
4	<i>Bloques estireno y butadieno formando un copolímero SB</i>	13
5	<i>Tipos de copolímeros. a) Copolímero alternante, b) Copolímero en bloque, c) Copolímero aleatorio, d) Copolímero de injerto</i>	14
6	<i>Copolímeros precursores (con dobles enlaces) + hidrogenación = Copolímeros hidrogenados (saturados, enlaces sencillos)</i>	15
7	<i>Polímeros lineales, cadena lineal de monómeros</i>	16
8	<i>Polímeros ramificados, cadena principal con cadenas secundarias enlazadas a ella.</i>	16
9	<i>Polímeros en forma de estrella: a) de 4 ramas y b) de 3 ramas</i>	16
10	<i>Polímeros entrecruzados</i>	16
11	<i>Copolímeros sin hidrogenar, sin hidrogenación en la parte estirénica (sección A) ni en la butadiénica (sección B)</i>	27
12	<i>Copolímeros modificados, hidrogenados en la fase butadiénica (sección B)</i>	27
13	<i>Nivel de la propela durante el proceso de agitación</i>	31
14	<i>Prueba de temperatura de ablandamiento</i>	32
15	<i>Prueba de penetración</i>	34

## **LISTA DE TABLAS**

<i>TABLA</i>	<i>NOMBRE</i>	<i>PÁG</i>
1	<i>Estireno y butadieno, unidades estructurales (monómeros)</i>	13
2	<i>Valores límite del índice de penetración (IP), características de asfaltos que muestran dichos valores de IP</i>	26
3	<i>Características de los copolímeros sin hidrogenar</i>	27
4	<i>Cantidades de copolímero y ciclohexano para las disoluciones modificadoras generadoras de 80g de AC-20 modificado</i>	29
5	<i>Cantidades de asfalto AC-20 y de copolímero, 80g asfalto modificado</i>	30
6	<i>Nomenclatura de asfalto sin modificar</i>	35
7	<i>Nomenclatura de los copolímeros</i>	35
8	<i>Nomenclatura de asfaltos modificados</i>	35
9	<i>Grados de hidrogenación alcanzada para los copolímeros parcialmente hidrogenados y los no hidrogenados</i>	36

## **LISTA DE ECUACIONES**

<i>EC</i>	<i>NOMBRES DE LAS ECUACIONES (EC)</i>	<i>PÁG</i>
1	<i>A, Susceptibilidad térmica por definición de la ec. de la recta</i>	24
2	<i>A, Susceptibilidad térmica con valores experimentales</i>	24
3	<i>A, Susceptibilidad térmica asociada con el IP</i>	25
4	<i>IP, Índice de penetración</i>	25

## **LISTA DE GRÁFICAS (RESULTADOS)**

<i>GRAF</i>	<b>TEMPERATURAS DE ABLANDAMIENTO</b>	<i>PÁG</i>
<i>TR1</i>	<i>TA AC-20 y asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.</i>	37
<i>TR2</i>	<i>TA asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.</i>	37
<i>TR3</i>	<i>TA asfaltos modificados con copolímeros tipo C1.</i>	39
<i>TR4</i>	<i>TA asfaltos modificados con copolímeros tipo C2.</i>	39
<i>TR5</i>	<i>TA asfaltos modificados con copolímeros tipo C3.</i>	40

<i>GRAF</i>	<b>PENETRACIÓN</b>	<i>PÁG</i>
<i>PR1</i>	<i>PE AC-20 y asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.</i>	43
<i>PR2</i>	<i>PE asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.</i>	43
<i>PR3</i>	<i>PE asfaltos modificados con copolímeros tipo C1.</i>	45
<i>PR4</i>	<i>PE asfaltos modificados con copolímeros tipo C2.</i>	45
<i>PR5</i>	<i>PE asfaltos modificados con copolímeros tipo C3.</i>	46



GRAF	ÍNDICE DE PENETRACIÓN	PÁG
IR1	IP AC-20 y asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.	49
IR2	IP asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.	49
IR3	IP asfaltos modificados con copolímeros tipo C1.	51
IR4	IP asfaltos modificados con copolímeros tipo C2.	51
IR5	IP asfaltos modificados con copolímeros tipo C3.	52

## **LISTA DE FOTOGRAFÍAS (MICROSCOPIA DE FLOURESCENCIA)**

Figura	FOTOGRAFÍAS DE MICROSCOPIA DEL	PÁG
M1	3% copolímero C1	56
M2	10% copolímero C1	56
M3	3% copolímero C1P	56
M4	10% copolímero C1P	56
M5	3% copolímero C1H	56
M6	10% copolímero C1H	56
M7	3% copolímero C2	58
M8	10% copolímero C2	58
M9	3% copolímero C2P	58
M10	10% copolímero C2P	58
M11	3% copolímero C2H	58
M12	10% copolímero C2H	58
M13	3% copolímero C3	60
M14	10% copolímero C3	60
M15	3% copolímero C3P	60
M16	10% copolímero C3P	60
M17	3% copolímero C3H	60
M18	10% copolímero C3H	60

## **NOMENCLATURA**

AC-20	Asfalto sin modificar, asfalto AC-20
SB	Copolímero dibloque estireno(S)-butadieno(B)
SBS	Copolímero tribloque estireno(S)-butadieno(B)-estireno(S)
TA	Temperatura de ablandamiento
PE	Penetración a 25° C
IP	Índice de penetración
A	Susceptibilidad térmica
C#	Copolímero no hidrogenado (# : 1, 2 ó 3)
C#H	Copolímero # con máxima hidrogenación parcial alcanzada
C#P	Copolímero # con hidrogenación parcial menor a la alcanzada por en el C#H

# **1. INTRODUCCIÓN**

México es un país abundante en petróleo y los recursos que podemos aprovechar son muchos, incluyendo el material último de los procesos de separación: el asfalto. Del total del asfalto disponible, el 10% proviene de los asfaltos naturales. El 90% es derivado del petróleo, como lo es el asfalto AC-20 de Salamanca, Guanajuato, México.

La pavimentación e impermeabilización son las principales aplicaciones del asfalto, al cual lo encontramos en forma semisólida a temperatura ambiente, fluido a temperaturas altas, y de consistencia dura y quebradiza a bajas temperaturas. Esas propiedades podemos mejorarlas agregándole diversos materiales, dando lugar a materiales compuestos que denominamos genéricamente como asfaltos modificados.

La modificación de asfalto con polímeros es una técnica avanzada que tiene como objetivo obtener materiales de mayor resistencia, es decir, materiales con desempeño más resistente al calor y frío intensos, y menos vulnerable al tráfico intenso y pesado.

La capacidad que tienen los polímeros para modificar el comportamiento del asfalto es asombrosa y existen variados datos de asfaltos modificados con polímeros. Gran parte de esos datos fueron obtenidos utilizando copolímeros (polímeros formados por diferentes monómeros).

En general, el comportamiento de las mezclas con copolímeros es excepcionalmente bueno; sin embargo, sufren un poco de degradación durante su producción y tratamiento, y al parecer la causa de eso son los enlaces insaturados en los copolímeros.

De ahí, que el tema de atenuar el efecto de degradación sea fascinante, llevándonos a explorar el comportamiento que tienen los copolímeros parcialmente hidrogenados, como modificadores de asfalto.

Actualmente realizamos estudios enfocados en el efecto de modificar asfalto con copolímeros con distintos grados de hidrogenación, es decir, copolímeros con enlaces saturados: los no hidrogenados (SB y SBS insaturados), los parcialmente hidrogenados (SB y SBS saturados), y los parcialmente más hidrogenados (SB y SBS muy saturados).

Las consecuencias de modificar el asfalto con estos copolímeros las resaltamos caracterizando los asfaltos modificados en términos de su temperatura de ablandamiento, penetración y morfología (la cual es determinada por microscopía de fluorescencia).

El contraste existente entre las propiedades de las mezclas asfálticas empleando copolímeros parcialmente hidrogenados lo hacemos contra el comportamiento obtenido de las mezclas asfálticas donde utilizamos los copolímeros sin hidrogenar.

El desarrollo (incipiente) de la Industria Mexicana de Asfalto Modificado hace que este tema sea muy interesante y especialmente atractivo por el interés del mercado de trabajo.

Los asfaltos modificados con copolímeros pertenecen a los compuestos con mayor demanda debido a la extensa variedad en sus aplicaciones y su principal objetivo está en la satisfacción de las necesidades de pavimentación a través de la investigación e innovación.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 OBJETIVO PRINCIPAL:**

Caracterizar asfaltos modificados conociendo y distinguiendo el efecto modificador de 6 diferentes copolímeros (SB y SBS) parcialmente hidrogenados y de 3 diferentes copolímeros puros (precursores no hidrogenados) sobre el comportamiento del asfalto AC-20.

Caracterizar mediante:

- Temperatura de ablandamiento
- Penetración
- Índice de penetración
- Microscopía de fluorescencia

## **2.2 OBJETIVOS SECUNDARIOS:**

1. Caracterizar el lote de asfalto AC-20 proveniente de la Refinería de Salamanca, Guanajuato.
2. Preparar mezclas de asfalto empleando concentraciones al 3% y 10% (p/p) de copolímeros modelo SB y SBS puros y parcialmente hidrogenados.
3. Caracterizar los asfaltos modificados con técnicas tradicionales de temperatura de ablandamiento, penetración y microscopía de fluorescencia.
4. Determinar los cambios en las propiedades del asfalto AC-20 modificado en comparación con el asfalto AC-20 sin modificar.
5. Conocer cómo modifica la hidrogenación parcial de los copolímeros el comportamiento de los sistemas asfalto-copolímero.
6. Interpretar los datos combinados de la temperatura de ablandamiento y de la penetración mediante el parámetro: índice de penetración.
7. Contrastar los datos (TA, PE e IP) con las morfologías obtenidas de las fotografías de fluorescencia.

## **3. ANTECEDENTES**

### **3.1 ASFALTOS**

#### **3.1.1 DEFINICIONES**

- 1.- ASTM: El asfalto es un material aglomerante, sólido o semisólido, de color variable, de negro a pardo oscuro, que se licua gradualmente al calentarse y cuyos constituyentes predominantes son betunes que se dan en la naturaleza en forma sólida o semisólida y que también pueden obtenerse de la destilación del petróleo<sup>1</sup>.
  
- 2.- Material último residual del proceso de separación del crudo de petróleo; así como el petróleo esta constituido por una gran variedad de componentes, el asfalto también esta constituido por una gran variedad de componentes, excepto que tiene carencia de muchos compuestos ligeros<sup>2</sup>.
  
- 3.- Real Academia de la Lengua: (Del lat. asphaltus, y del gr. ασφαλτος). Sustancia de color negro que constituye la fracción más pesada del petróleo crudo. Se encuentra a veces en grandes depósitos naturales, como en el lago Asphaltites o mar Muerto. Se utiliza mezclado con arena o gravilla para pavimentar caminos y como revestimiento impermeable de muros y tejados.

### 3.1.2 TIPOS

#### 1.- Naturales:

Como se puede recordar en su definición, el nombre de asfalto proviene del mar Muerto o Asfaltites, que es un depósito natural de asfalto. Los asfaltos naturales se producen a partir del petróleo pero por un proceso natural. Con el paso del tiempo los componentes ligeros se desprenden quedando en su mayoría componentes complejos (hidrocarburos no volátiles y de elevado peso molecular). A estas fracciones pesadas popularmente se les conoce como asfaltos y que por su origen se les da el nombre específico de asfaltos naturales.

Estos asfaltos se pueden encontrar como escurrimientos superficiales en depresiones terrestres, dando origen a lagos de asfalto, como los de las islas Trinidad y Bermudas<sup>3</sup>.

#### 2.- Derivados:

Son los asfaltos más utilizados hoy en día en el mundo y son derivados del petróleo. Se obtienen de los procesos de separación industrial del crudo. Representan más del 90 % del total de asfaltos utilizados<sup>4</sup>.

Son los más utilizados porque son subproductos en procesos de separación de crudo (separación de gasolinas, kerosenos, etc. de otros componentes más pesados). Al mismo tiempo esos asfaltos obtenidos del crudo tienen mayor uniformidad y pureza en su composición. Se puede mencionar que el asfalto moderno de petróleo, tiene las mismas características de durabilidad que el asfalto natural pero con la importante ventaja de que se refina hasta una condición uniforme durante el proceso de separación, libre de materias orgánicas y minerales extraños<sup>3</sup>.

### 3.1.3 COMPOSICIÓN

Las primeras experiencias para describir la estructura del asfalto fueron desarrolladas por Nellensteyn en 1924, cuyo modelo fue mejorado más tarde por Pfeiffer y Saal en 1940, sin embargo no fue tan relevante debido a que en aquellos años solo disponían de escasos procedimientos analíticos<sup>5</sup>.

Ahora se sabe que los asfaltos son mezclas químicas muy complejas, fundamentalmente moléculas de hidrocarburos con cantidades mínimas otros grupos funcionales de azufre, nitrógeno y oxígeno; y con cantidades ínfimas de metales (vanadio, níquel, fierro, magnesio y calcio)<sup>4</sup>.

Pero en fin, la idea general es que el asfalto está constituido principalmente por asfaltenos, resinas y aceites. Esa idea es práctica porque realmente es laborioso precisar el contenido exacto de sus componentes y a veces analizar muestras de asfalto no tiene practicidad atemporal en el sentido que varían aún teniendo un origen común pero de diferentes épocas. Dicha idea nace del modelo micelar que describe la estructura del asfalto de una manera bastante sencilla<sup>6</sup>.

La nomenclatura de los asfaltos mexicanos va de acuerdo al contenido de asfaltenos. Así el asfalto nombrado como AC-20, significa: AC = asfalto y, el 20 después del guión indica el por ciento en peso asfaltenos contenidos. Así que el asfalto AC-20 es un asfalto constituido por 20% de asfaltenos y 80% de otros componentes (peso/peso).



### 3.1.4 MODELO

#### MODELO MICELAR

El modelo más aceptado para configurar la estructura del asfalto se denomina modelo micelar y considera a los asfaltos como sistemas coloidales complejos de hidrocarburos. Este modelo proporciona una prudente explicación para dicha estructura. De acuerdo a este modelo existen solo dos fases en el asfalto: una discontinua (aromática) formada por los asfaltenos y otra continua que rodea y solubiliza a los asfaltenos, esta última contiene grupos de compuestos englobados como maltenos<sup>4</sup>.

Este modelo micelar presenta al asfalto en forma simplificada, sin embargo, hay que enfatizar que la composición química es extremadamente compleja y distinta entre uno y otro asfalto<sup>6</sup>.

#### MODELO MICELAR Y EL MÉTODO DE ANÁLISIS CORBETT<sup>7</sup>

El método de caracterización (análisis) del modelo micelar, es un método muy general y sencillo, es el método de Corbett.

En este método, la separación y determinación de los contenidos de asfaltenos y maltenos se hace disolviendo asfalto en n-heptano, la fracción insoluble la constituirán los asfaltenos mientras que los componentes solubles en el disolvente serán los maltenos.

Las resinas contenidas en los maltenos son intermediarias en el asfalto, cumplen la misión de homogeneizar y compatibilizar a los que son insolubles<sup>4</sup>. Estructuralmente los asfaltenos son los responsables de la consistencia (dureza) y los maltenos aportan adhesividad al material.

### 3.1.5 CARACTERÍSTICAS GENERALES

#### ASFALTO

Material bituminoso de color café oscuro.

Constituido esencialmente (de acuerdo al modelo micelar) por asfaltenos y maltenos, y que de acuerdo a su contenido relativo ocasionan diferentes consistencias, aglutinaciones y ductilidades<sup>1</sup>.

Es sólido o semisólido en función de la temperatura:

- A temperaturas ambientales, cercanas a 25° C tiene propiedades parecidas al cemento, es de consistencia dura.
- A temperaturas diferentes:
  - A mayor temperatura (cercana o mayor a 70° C), su consistencia es viscosa, es decir empieza a fluir lentamente y si se aumenta la temperatura tiende a fluir más.
  - A menor temperatura (cercana o menor a 4° C), su consistencia es dura y además puede ser quebradiza.

Componentes del asfalto (Figura 1):

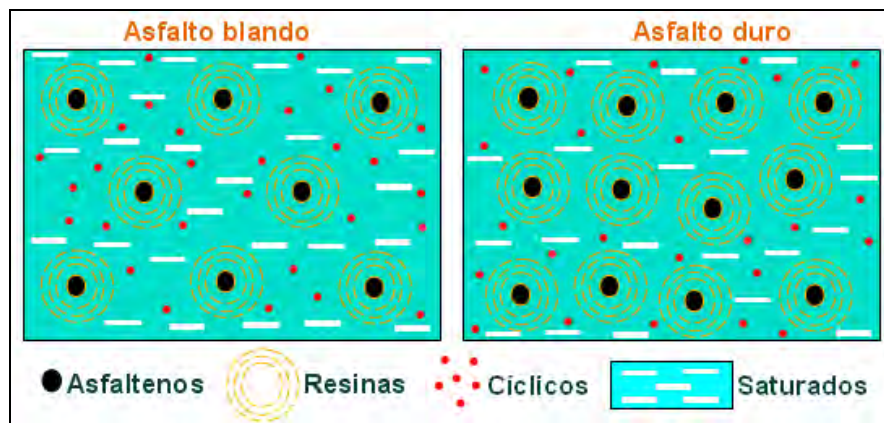


Figura 1. Componentes del asfalto: asfaltenos y maltenos (resinas, ciclicos y saturados)

## ASFALTENOS

Son sólidos a temperatura ambiente<sup>4</sup>.

Moléculas muy polares y de alto peso molecular (2000 a 7000)<sup>4</sup>.

Responsables de la dureza en el asfalto. A mayor contenido de asfaltenos mayor consistencia dura y viceversa.

Fracción insoluble en n-heptano cuando se realiza el análisis de Corbett<sup>7</sup>.

No son solubles en maltenos pero se mantienen suspendidos debido a las resinas<sup>8</sup>.

Constituidos en su mayoría por átomos de carbono e hidrógeno; además de pequeñas cantidades de azufre, nitrógeno y oxígeno<sup>8</sup>.

## MALTENOS

Son sólidos o semisólidos a temperatura ambiente, de acuerdo a su contenido de resinas y/o aceites.

Moléculas poco polares y de menor peso molecular que los asfaltenos (700 a 4000)<sup>4</sup>.

Responsables de la adherencia en el asfalto.

A mayor contenido de maltenos mayor consistencia suave y viceversa.

Fracción soluble en n-heptano cuando se realiza el análisis de Corbett<sup>7</sup>.

Los maltenos están formados por aceites y resinas.

Constituidos en su mayoría por átomos de carbono e hidrógeno; además de pequeñas cantidades de azufre, nitrógeno y oxígeno<sup>8</sup>.

## RESINAS

Uno de los dos constituyentes principales de los maltenos.

Son sólidas o semisólidas a temperatura ambiente<sup>4</sup>.

Moléculas muy polares<sup>4</sup>.

Responsables de la suspensión coloidal de los asfaltenos en el asfalto.

Se encuentran dentro de los aceites, que son el medio que las mantiene en el sistema coloidal.

Constituidos en su mayoría por átomos de carbono e hidrógeno; además de pequeñas cantidades de oxígeno, azufre y nitrógeno<sup>8</sup>.

## ACEITES

Es el otro constituyente principal de los maltenos<sup>3</sup>.

Son fluidos a temperatura ambiente.

Sus compuestos se dividen en: moléculas aromáticas (mayor proporción de asfaltenos dispersos) y moléculas saturadas (menor proporción de asfaltenos dispersos).

Las moléculas insaturadas intervienen en la facilidad del asfalto para admitir copolímeros.

Responsables de la suspensión coloidal de resinas en el asfalto<sup>3</sup>.

Son el medio que las mantiene a las resinas flotando en el sistema coloidal.

Constituidos en su mayoría por átomos de carbono e hidrógeno; además de pequeñas cantidades de oxígeno, azufre y nitrógeno<sup>8</sup>.

## 3.2 POLÍMEROS

### 3.2.1 DEFINICIÓN

Los polímeros son sustancias de alto peso molecular formadas por la unión de cientos o miles de moléculas pequeñas y repetidas llamadas monómeros (compuestos químicos, moléculas simples).

La reacción por la cual se sintetiza un polímero a partir de sus monómeros se denomina polimerización<sup>9</sup>, Figura 2:

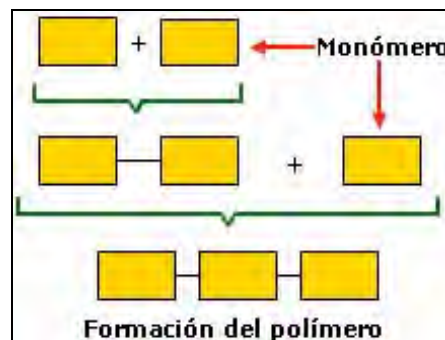


Figura 2. Polimerización, reacción síntesis de monómeros para formar polímeros

### 3.2.2. TIPOS Y ARQUITECTURAS

*TIPOS DE POLÍMEROS (COMPOSICIÓN):*

- Los **homopolímeros** (Figura 3)<sup>10</sup> tienen una sola unidad estructural (monómero A), es decir, en este polímero todas sus moléculas corresponden a un mismo y único tipo de monómero (TABLA 1).

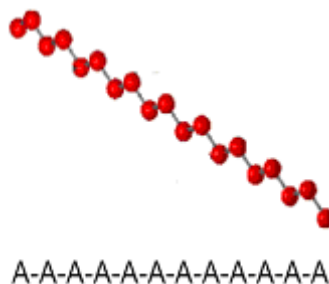
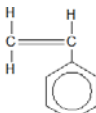
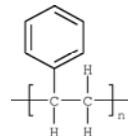
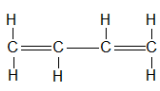
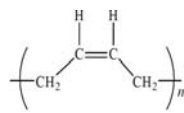


Figura 3. Homopolímero, formado por únicamente un solo tipo de monómero

TABLA 1. ESTIRENO Y BUTADIENO, UNIDADES ESTRUCTURALES(MONÓMEROS)

MONÓMERO		POLÍMERO	
Estructura	Nombre	Estructura	Nombre
	Estireno		Poliestireno
	1,3-Butadieno		Polibutadieno

- Los **copolímeros** tienen varias unidades estructurales distintas, es decir, en este polímero sus moléculas son diversas correspondientes a distintos tipos de monómeros, como el copolímero SB con las unidades estructurales de estireno (S) y butadieno (B) como se muestra en la Figura 4.

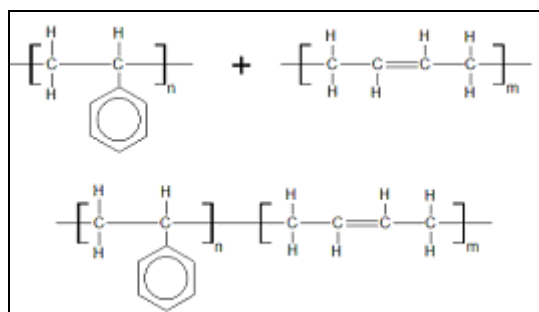


Figura 4. Bloques estireno y butadieno formando un copolímero SB

Existen distintos tipos de copolímeros (Figura 5):

- a) *Copolímero en bloque*. Una cadena de monómeros A es seguida de otra cadena de monómeros B<sup>10</sup>.
- b) *Copolímero aleatorio*, sus monómeros no tienen orden, se unen aleatoriamente.
- c) *Copolímero de injerto*. Cadena de un solo tipo de monómero con ramas ordenadas de otro tipo de monómero, se menciona que están acomodadas fuera de la cadena principal<sup>10</sup>.

- d) *Copolímero alternante*, los monómeros están alternados uno por uno.

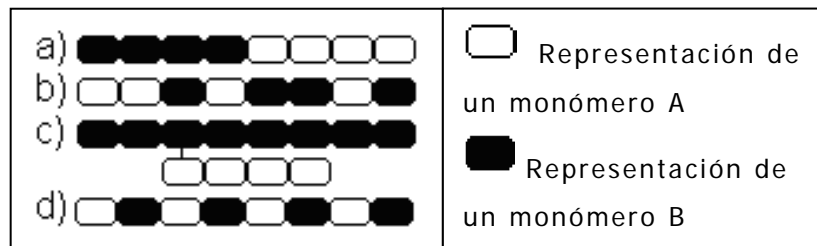


Figura 5. Tipos de copolímeros. a) Copolímero alternante, b) Copolímero en bloque, c) Copolímero aleatorio, d) Copolímero de injerto

## COPOLÍMEROS HIDROGENADOS

Si bien los copolímeros SB y SBS frecuentemente son buenos materiales, a causa de su composición química, características físicas y estructura, los SB y SBS se llegan a degradar. Ocurre por dos razones, el entrecruzamiento en el bloque medio y la alta exhibición a la intemperie. Por ejemplo, después de un largo tiempo, un recubrimiento basado en un polímero SBS llega a ser quebradizo y se fractura al momento de la degradación<sup>11</sup>.

En la modificación de asfaltos con copolímeros SB y SBS, la mezcla en general experimenta degradación al momento de su producción y tratamiento. Los enlaces de polibutadieno insaturados que poseen estos copolímeros, permiten la degradación del mismo cuando es sometido a tratamientos con altas temperaturas y/o agentes mecánicos, además de otras circunstancias atmosféricas en donde se pudieran ver involucrados<sup>4</sup>.

La forma de modificar copolímeros SB y SBS es saturar dobles ligaduras de butadienos, y con ello adquirir el mejoramiento de propiedades químicas, físicas y mecánicas<sup>12</sup> incluyendo la alta resistencia a condiciones climáticas exageradas (climas bastante calurosos y/o bastante fríos).

Una manera de saturar los butadienos es utilizando la hidrogenación.

Fundamentalmente la hidrogenación es la reacción con hidrógeno molecular para romper y saturar las dobles ligaduras carbono - carbono, resultando finalmente en enlaces sencillos (Figura 6).

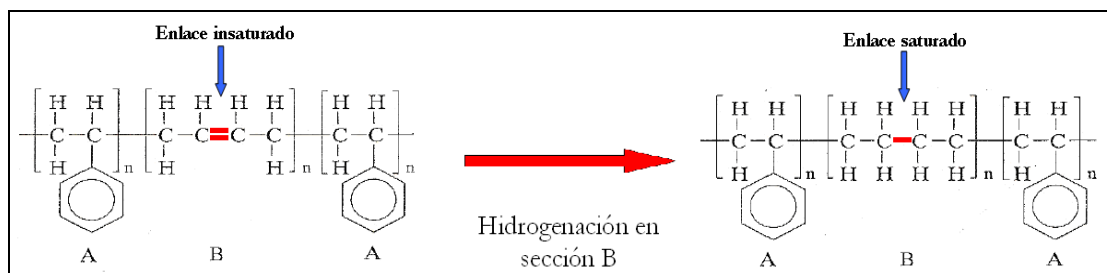


Figura 6. Copolímeros precursores (con dobles enlaces) + hidrogenación = Copolímeros hidrogenados (saturados, enlaces sencillos)

Cuando se logran hidrogenar los copolímeros SB y SBS, cambian relevantemente sus propiedades, tanto químicas como físicas comparadas con aquellas propiedades de los copolímeros que les dieron origen (copolímeros precursores)<sup>12</sup>.

Ya que estos copolímeros parcialmente hidrogenados no poseen tantos enlaces insaturados, que son los que reaccionan con mayor facilidad durante procesos térmicos y mecánicos, los copolímeros hidrogenados no declinan severamente sus propiedades<sup>13</sup>.

Los polímeros tipo SB y SBS parcialmente hidrogenados, por tener más enlaces saturados en la mitad del bloque, exhiben una resistencia excelente a la degradación por oxígeno, ozono o luz UV<sup>11</sup>.

Aunque ya se ha mencionado mucho de la manera en como influyen los tipos de monómeros (composición) en los polímeros, aún no se ha hablado del acomodo espacial de las cadenas poliméricas. De ahí que sea importante hablar de: arquitecturas de los polímeros.



## ARQUITECTURAS DE LOS POLÍMEROS (ARREGLO ESPACIAL)

Los polímeros se han clasificado en tres tipos de arquitecturas primordialmente: lineales, ramificados y entrecruzados<sup>14</sup>.

Los polímeros *lineales* (Figura 7) consisten de una larga cadena de monómeros.



Figura 7. Polímeros lineales, cadena lineal de monómeros

Los polímeros *ramificados* (Figura 8) tienen brazos o ramas enlazadas a la cadena principal de polímero, dentro de esta arquitectura encontramos a los ya mencionados copolímeros injertados (Figura 5).



Figura 8. Polímeros ramificados, una cadena principal con cadenas secundarias enlazadas

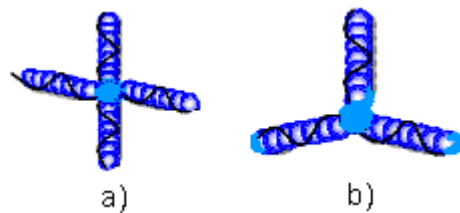


Figura 9. Polímeros en forma de estrella: a) 4 ramas y b) 3 ramas

Existen polímeros ramificados con estructura peculiar en forma de *estrella*, y que precisamente así se les suele llamar. Estos polímeros ramificados consisten en varias cadenas lineales enlazadas a un núcleo central. Por ejemplo pueden ser de tres o cuatro ramas (Figura 9).

Los polímeros *entrecruzados* tienen cadenas enlazadas con otras cadenas. El entrecruzamiento da como resultado una red tridimensional (figura 10).



Figura 10. Polímeros entrecruzados

### 3.2.3 CLASIFICACIONES

Existen varias formas posibles de clasificar los polímeros sin que sean excluyentes entre sí.

#### *SEGÚN SUS APLICACIONES*

Atendiendo a sus propiedades y usos finales, los polímeros pueden clasificarse en<sup>15</sup>:

- *Elastómeros.* Son polímeros que cuentan con la particularidad de ser muy elásticos pudiendo incluso recuperan su forma luego de ser deformados, es decir, se pueden estirar cuando se les aplica una fuerza de tracción y cuando cesa esa fuerza los polímeros recobran su estado inicial<sup>16</sup>.
- *Plásticos.* Son aquellos polímeros que, ante un esfuerzo suficientemente intenso, se deforman irreversiblemente, no pudiendo volver a su forma original<sup>15</sup>. Hay que resaltar que el término plástico se aplica a veces incorrectamente para referirse a la totalidad de los polímeros<sup>9</sup>.
- *Fibras.* Son polímeros cuyas cadenas están extendidas en línea recta (o casi recta) una al lado de la otra a lo largo de un mismo eje. Esa característica permite confeccionar tejidos cuyas dimensiones permanecen estables<sup>16</sup>.
- *Recubrimientos.* Son sustancias, normalmente líquidas, que se adhieren a la superficie de otros materiales para otorgarles alguna propiedad, por ejemplo resistencia a la abrasión<sup>9</sup>.
- *Adhesivos.* Son sustancias que combinan una alta adhesión y una alta cohesión, lo que les permite unir dos o más cuerpos por contacto superficial<sup>9</sup>.

## SEGÚN SU COMPORTAMIENTO AL ELEVAR SU TEMPERATURA

- *Termoplásticos.* Fluyen al calentarlos y se vuelven a endurecer al enfriarlos. Su estructura molecular presenta pocos (o ningún) entrecruzamientos<sup>16</sup>.
- *Termoestables.* No fluyen al calentarlos mucho sino que lo único que se consigue es descomponerlos químicamente y se debe a que tienen estructuras con muchos entrecruzamientos, que impiden los desplazamientos relativos de las moléculas<sup>9</sup>.

## SEGÚN SU MECANISMO DE POLIMERIZACIÓN

- *Polímeros de condensación.* La reacción de polimerización implica a cada paso la formación de una molécula de baja masa molecular, por ejemplo agua.
- *Polímeros de adición.* La polimerización no implica la liberación de ningún compuesto de baja masa molecular. Esta polimerización se genera usualmente por medio de un iniciador.
- *Polímeros formados por etapas.* La cadena de polímero va creciendo gradualmente mientras haya monómeros disponibles, incorporando los monómeros en función de su reactividad y de su concentración<sup>9</sup>.

## SEGÚN SU COMPOSICIÓN QUÍMICA

- *Polímeros orgánicos.* Posee en la cadena principal átomos de carbono<sup>9</sup>.
- *Polímeros no orgánicos.* No están basados principalmente en átomos de carbono<sup>9</sup>. Entre otros:
  - Basados en azufre.
  - Basados en silicio.

### **3.3 ASFALTOS MODIFICADOS**

El asfalto es un excelente material aglutinante, fácil de aplicar y de bajo costo; sin embargo presenta algunas limitaciones, tales como: la pérdida de material por falta de adhesividad, la disminución de resistencia mecánica, se vuelve rígido y quebradizo a bajas temperaturas, se vuelve blando y fluye a temperaturas altas y tiende al envejecimiento prematuro por oxidación<sup>17</sup>.

Y si bien está plenamente probado, en pavimentación, que los asfaltos convencionales poseen propiedades satisfactorias tanto mecánicas como de adhesión en una amplia gama de aplicaciones y bajo distintas condiciones climáticas y de tránsito; el creciente incremento de volumen del tránsito y la magnitud de las cargas conjuntamente con la necesidad de optimizar las inversiones, provoca que, en algunos o muchos casos, las propiedades de los asfaltos convencionales resulten insuficientes<sup>18</sup>.

En la modificación de asfalto se ha probado de todo, adicionándoles múltiples materiales. Por ejemplo, se han hecho mezclas de asfaltos con sustancias finamente divididas las cuales son insolubles en él pero que si pueden ser dispersadas (cal, cemento, talco o sílice). El efecto general de la adición de estas sustancias es endurecer al asfalto. En términos prácticos significa que se busca la reducción en la deformación causada por una carga, el incremento en su punto de ablandamiento y la reducción de su penetración<sup>3</sup>.

La modificación de asfalto con polímeros es una técnica avanzada que tiene como objetivo obtener materiales de mayor resistencia que los asfaltos que les dieron origen, es decir, materiales con desempeño más resistente al calor y frío intensos, y menos vulnerable al tráfico intenso y pesado.

### **3.3.1 ASFALTOS MODIFICADOS CON COPOLÍMEROS<sup>17</sup>**

La modificación de asfaltos con copolímeros SB y SBS permite:

- Reducción de susceptibilidad térmica.
- Mejoramiento en la resistencia a bajas temperaturas e incremento de rigidez a altas temperaturas.
- Aumento de resistencia a la tracción y a la elongación.
- Incremento de la vida útil en pavimentos, por su mayor resistencia al envejecimiento, a la propagación de grietas y la formación de ahuellamientos.
- Reducciones del espesor del pavimento y de costos en mantenimiento, produciendo rentabilidad económica en el tiempo.

### **3.3.2 ASFALTOS MODIFICADOS CON COPOLÍMEROS PARCIALMENTE HIDROGENADOS**

Aún con todas esas ventajas, los asfaltos modificados con copolímeros SB y SBS, al parecer no superarán las ventajas de las mezclas asfálticas formuladas con copolímeros SB y SBS parcialmente hidrogenados, ya que además de las ventajas de sus precursores, se podría pensar en muchas más ventajas, tales como:

- Producto más impermeable.
- Mayor duración (mayor resistencia a la degradación).
- Gran elongación, lo que permite movimientos o asentamientos diferenciales sin perder sus propiedades.
- Mayor resistencia ante los cambios bruscos de temperatura.
- Resistencia a la presencia de microorganismos presentes en la naturaleza y, más resistente a los rayos UV por largos periodos.
- Mejora la rentabilidad de proyectos por su fácil mantenimiento y sus bajos costos a lo largo del tiempo.

## **3.4 DESCRIPCIÓN GENERAL DE TÉCNICAS**

### **EXPERIMENTALES**

#### **3.4.1 MODIFICACIÓN DE ASFALTO**

Las mezclas, generalmente, se preparan disolviendo una cantidad conocida de polímero en asfalto fluido (caliente, alta temperatura).

La adición de los copolímeros se efectúa lentamente a fin de lograr la dispersión del material en el volumen total de asfalto.

El tiempo de mezclado está estandarizado con una duración de 4 horas, pero el tiempo total para hacer la mezcla dura entre 5 y 8 horas, incluyendo el acondicionamiento del equipo, el proceso de mezclado, la preparación de muestras y limpieza final<sup>11</sup>.

Los principales factores que determinan la calidad de incorporación de copolímero al asfalto (durante la técnica de modificación), son los siguientes<sup>4</sup>:

1. La naturaleza química del asfalto y su composición química.
  2. Las características moleculares de los copolímeros modificadores.
- Las condiciones de producción del asfalto modificado; condición de la mezcla (relación copolímero/asfalto, composición % peso/peso) y condiciones de operación (tiempo, temperatura y velocidad de mezclado).

### 3.4.2 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

#### *CARACTERIZACIÓN DE ASFALTOS MODIFICADOS*

La caracterización se refiere a la aplicación de diferentes técnicas para determinar las propiedades específicas de los asfaltos.

Existen técnicas estandarizadas (normas ASTM) que se utilizan en la caracterización:

- TA, Temperatura de Ablandamiento<sup>20</sup>.

Indica el efecto de la temperatura sobre la consistencia del asfalto.

La técnica consiste en que un balín envuelto en asfalto (inicialmente sostenidos en un anillo) caen 25mm a causa del reblandecimiento del asfalto debido al calentamiento paulatino del baño en el que esta sumergido. La TA es la temperatura leída cuando el balín envuelto en asfalto cae los 25mm.

- Penetración (PE)<sup>21</sup>.

Indica la consistencia del asfalto a condiciones estándar de temperatura, carga y tiempo.

La técnica consiste en que una aguja penetra verticalmente al asfalto durante 5 s y carga de 100g. La PE es el valor de la penetración de la aguja leída después de 5s.

Para caracterizar asfaltos modificados con copolímeros además se usa la microscopía de fluorescencia en la cual se observa la morfología del sistema asfalto-copolímero.

### **3.5. COMPORTAMIENTO DE LAS MEZCLAS DE ASFALTOS CON COPOLÍMEROS**

Se ha visto que cuando se adicionan copolímeros a los asfaltos calientes, los copolímeros absorben maltenos y aumentan su volumen varias veces respecto a su volumen inicial<sup>23</sup>.

Para obtener asfalto modificado con las propiedades deseadas, la cantidad de copolímero que se requiere es mínima; pero si se adiciona una cantidad excesiva del copolímero se disminuye la compatibilidad entre ellos, resultando en una separación de fases y disminución o pérdida de las propiedades deseadas<sup>23</sup>.

#### **INFLUENCIA DE LA CONCENTRACIÓN DE COPOLÍMERO**

El comportamiento de los asfaltos modificados cambia en función de la relación copolímero/asfalto, y en términos generales, se pueden distinguir dos extremos:

- a) Asfalto no modificado (nada de copolímero) y,
- b) Asfalto modificado donde se invierten las fases porque la cantidad de copolímero es demasiada, tal que el copolímero se vuelve la fase continua y el asfalto la fase dispersa. Como es de esperar, esto implica cambios radicales en las propiedades físicas de la mezcla tanto que la mezcla ostenta propiedades similares a las del polímero<sup>11</sup>.



## 3.6 INTERPRETACIÓN DE LAS PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN POR MEDIO DEL ÍNDICE DE PENETRACIÓN, IP

### 3.6.1 ANTECEDENTES

En el año de 1936, un alemán de apellido Pfeiffer observó una relación lineal entre el logaritmo de la penetración ( $\log PE$ ) y la temperatura. Por definición de la ecuación de una recta, la pendiente ( $EC.1$ )<sup>24</sup> toma el siguiente valor:

$$A = \frac{\log(PE_{T_1}) - \log(PE_{T_2})}{T_1 - T_2} = \frac{\log\left(\frac{PE_{T_1}}{PE_{T_2}}\right)}{T_1 - T_2} \quad \dots\dots EC.1$$

Con base en sus relaciones experimentales, Pfeiffer dedujo que los asfaltos tienen un valor de penetración (PE) de 800 (1/10 mm) cuando alcanzan una temperatura a la cual presentan comportamiento líquido muy viscoso. Nos referimos a ese valor de temperatura como temperatura de ablandamiento (TA).

Más tarde, usando información experimental y extrapolando los valores de PE hasta PE = 800 (1/10 mm), estando el asfalto a la temperatura TA, la susceptibilidad ( $EC.2$ ), se calcula como:

$$A = \frac{\log(800) - \log(PE_{T_2})}{TA - T_2} = \frac{\log\left(\frac{800}{PE_{T_2}}\right)}{TA - T_2} \quad \dots\dots EC.2$$

Poco después, ajustando experimentalmente una expresión de susceptibilidad térmica con un parámetro "IP" (EC.3), llegan a dos expresiones para la misma susceptibilidad térmica (EC.2 y EC.3):

$$A = \frac{(20 - IP) * \frac{1}{50}}{10 + IP} \dots\dots EC.3$$

### 3.6.2 ECUACIÓN<sup>25</sup>

La ecuación para calcular el índice de penetración, IP (EC.4), es la siguiente:

$$IP = \frac{20 - (500 * A)}{1 + (50 * A)} \dots\dots EC.4$$

donde:

- IP: índice de penetración
- A: (EC. 2) susceptibilidad térmica, es la pendiente de la curva obtenida al graficar los valores de penetración en escala semi-logarítmica vs. distintas temperaturas de ensayo.
- log(800): penetración máxima para un asfalto a su temperatura de ablandamiento (TA).
- PE<sub>25</sub> : valor de la prueba de penetración realizada a la temperatura estándar, 25 °C.
- TA : temperatura de ablandamiento, temperatura a la cual el asfalto es un líquido viscoso, que fluye.
- 25: temperatura estándar a la que esta sometida la prueba de penetración.

### 3.6.3 SUSCEPTIBILIDAD TÉRMICA, A

La susceptibilidad térmica del asfalto significa que el asfalto tiende a cambiar sus características en función de la temperatura a la que está expuesto.

Un valor de A grande implica, por lo tanto, mayor susceptibilidad térmica, es decir, sus propiedades mecánicas se disponen a cambiar más rápidamente con una ligera perturbación en su temperatura. Un valor grande de A involucra menor inestabilidad en las propiedades mecánicas cuando hay variación en la temperatura y viceversa.

### 3.6.4 SIGNIFICADO DE LOS VALORES LÍMITE DEL IP

#### VALORES LÍMITE

El índice de penetración es el parámetro adimensional que nos permite comparar la susceptibilidad térmica de las diferentes mezclas asfálticas a una determinada temperatura de desempeño. Este índice nos da una idea del efecto combinado de las distintas condiciones de desempeño, relacionando las pruebas de TA y de PE.

En función del IP, se pueden clasificar los cementos asfálticos, de forma general, en tres grupos (TABLA 2):

*TABLA 2. VALORES LÍMITE DEL ÍNDICE DE PENETRACIÓN (IP), CARACTERÍSTICAS DE ASFALTOS QUE MUESTRAN DICHS VALORES DE IP.*

VALOR DE IP	CARACTERÍSTICAS DEL ASFALTO CON DICHO VALOR DEL IP
IP > +1	Son mezclas asfálticas con poca susceptibilidad a la temperatura, presentando cierta elasticidad y tixotropía.
IP < -1	Mezclas asfálticas con mayor susceptibilidad a la temperatura; ricas en resinas y con comportamiento algo viscoso.
IP entre +1 y -1	Características intermedias entre los dos anteriores; pertenecen a este grupo la mayoría de las mezclas asfálticas que se utilizan en la construcción de carreteras.

## 4. DESARROLLO EXPERIMENTAL

### 4.1 LISTA DE LAS SUSTANCIAS Y LOS MATERIALES PRINCIPALES

SUSTANCIAS:

- Copolímeros comerciales SB y SBS sin hidrogenar (Figura 11): C1, C2 y C3 (TABLA 3).

TABLA 3. CARACTERÍSTICAS DE LOS COPOLÍMEROS SIN HIDROGENAR

Polímero	% Estireno total	Arquitectura	PM (Mn)	% Estireno block
416=C1	30 ± 2	Estrella 4	190000	18
4318=C2	30 ± 1	Lineal	230000	28
1430=C3	40 ± 2	Lineal	318000	30 ± 3

- Copolímeros modificados no comerciales (Figura 12), estos fueron hidrogenados en el Posgrado de la Facultad de Química, Lab. 213, Edif. "E": C1P, C1H, C2P, C2H, C3P y C3H.

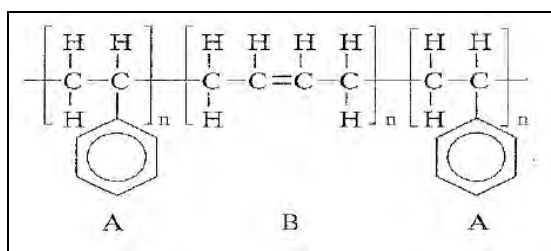


Figura 11. Copolímeros sin hidrogenar, sin hidrogenación en la parte estirénica (sección A) ni en la butadiénica (sección B)

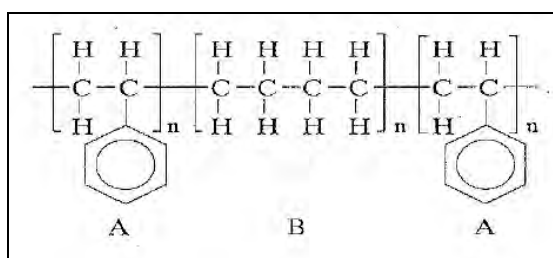


Figura 12. Copolímeros modificados, hidrogenados en la parte butadiénica (sección B)

- Ciclohexano.
- Asfalto AC-20, Salamanca, Gto. (Año, 2006).
- Aceite resistente a la degradación a + de 200° C.
- Grasa de silicón.
- Etilenglicol.

#### *MATERIALES:*

- Frascos de vidrio con tapa, capacidad de 250ml.
- Latas (pequeñas) de aluminio o latón de diámetro de 7cm y de profundidad de 8.5cm, sin tapa ni rebaba.
- Latas (medianas) de aluminio o latón de diámetro entre 10-12cm y de profundidad entre 13-15cm sin tapa ni rebaba.
- Anillos estandarizados para la prueba de Temperatura de Ablandamiento, TA.
- Charolas de aluminio de diámetro de 5cm y profundidad de 1.5cm.
- Rac para soportar los anillos estandarizados, incluyendo termómetro (-10 hasta 260° C).
- Anillos centradores de balines para los anillos estandarizados.
- Balines estandarizados para la prueba de Temperatura de Ablandamiento, TA.

#### *APARATOS:*

- Parrilla eléctrica de 120V.
- Transformador variable (Variac, Reóstato, etc ).
- Termómetro con rango desde -10 ó 0 hasta 260° C.
- Mezclador eléctrico, + de 500 RPM.
- Agitador tipo propela.
- Parrilla electromagnética con agitador magnético.
- Penetrómetro universal con aguja estandarizada.
- Microscopio de fluorescencia.

Datos técnicos y características del microscopio:

Marca: Kart Zeiss. Lámpara: De luz ultravioleta de 390-420 nm.

Posee varios objetivos entre ellos el 20X.

## 4.2 TRATAMIENTO PREVIO DE COPOLÍMEROS (MODIFICACIÓN)

- La adición del copolímero debe ser en gránulos finos. Debido a esto los copolímeros se fragmentan, pero a veces esta maniobra es difícil; entonces estos copolímeros se adicionan en forma disuelta, el disolvente es ciclohexano.  
Todos los copolímeros se agregaron disueltos.
- Cada copolímero debe estar disuelto en un frasco distinto con la proporciones de relación en peso<sup>12</sup> de 1:10 "copolímero : ciclohexano" (TABLA 4):

*TABLA 4. CANTIDADES DE COPOLÍMERO Y CICLOHEXANO PARA LAS DISOLUCIONES MODIFICADORAS GENERADORAS DE 80g DE AC-20 MODIFICADO*

Para 80g AC-20 modificado con copolímeros al (% peso/peso)	Copolímero (1 porción)	Ciclohexano (10 porciones)
3%	2.4 g	24.0 g
10%	8.0 g	80.0 g

- Se debe permitir un tiempo de un día o dos para que la disolución sea completa, se puede agitar el frasco de vez en cuando para asegurar la disolución total.

NOTA:

Al disolver el copolímero en el ciclohexano se considera que el ciclohexano es volátil; las disoluciones se llevan a cabo en frascos con tapas; con pérdidas mínimas del ciclohexano no hay inconveniente. Se repone al frasco, el disolvente, cuando la cantidad que queda no alcanza para disolver completamente al copolímero, si esto ocurre entonces se agrega más ciclohexano para disolver en su totalidad al polímero e incluso se reponen cantidades ligeramente mayores a las pérdidas, garantizando así la disolución completa.

## 4.3 MODIFICACIÓN DE ASFALTO CON COPOLÍMEROS

Ahora bien, para la modificación del asfalto AC-20, se fijó la cantidad de asfalto modificado requerido (80g) y, de ahí se pesan las cantidades respectivas de asfalto sin modificar y de copolímero para obtener su concentración porcentual del 3 ó 10% en peso.

- Caso particular: 80g asfalto modificado al 3 y 10% en peso de copolímero.

Para preparar 80g de asfalto modificado al 3 y 10% en peso de copolímero, las cantidades medidas son (TABLA 5):

*TABLA 5. CANTIDADES DE ASFALTO AC-20 Y DE COPOLÍMERO, 80g ASFALTO MODIFICADO*

Asfalto modificado	Concentración	Copolímero	Asfalto AC-20
80.0 g	3% en peso de polímero	2.4 g	77.6 g
80.0 g	10% en peso de polímero	8.0 g	72.0 g

### *PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL DE LA MODIFICACIÓN:*

- La cantidad de asfalto, de acuerdo a las proporciones de modificación, se contiene en un lata pequeña que se mantiene sumergida en un baño de aceite, el baño evita la presencia de "puntos calientes" en la interfase metal asfalto.
- Se calienta paulatinamente desde temperatura ambiente hasta una temperatura en que fluya un poco, y se agrega la disolución de copolímero en ciclohexano.

- La composición de la disolución está de acuerdo a la concentración de copolímero fijada para ese asfalto.
- En esta etapa la agitación debe ser suave, aproximadamente 100 RPM. La modificación puede ser al 3 ó 10% en peso de copolímero.

Notas:

- La propela se usa cuando el asfalto permita que se le introduzca este agitador en su seno.
- La propela se coloca, primero tocando el fondo de la lata y, de ahí se despega un cm o cm y medio del fondo (Figura 13), finalmente se atornilla (se fija al mezclador).

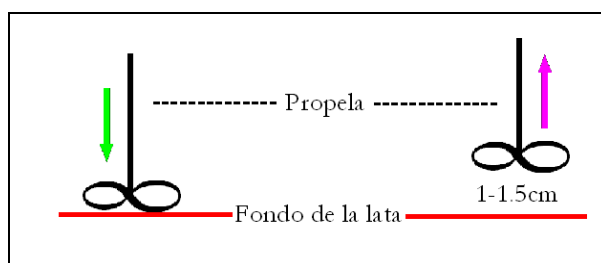


Figura 13. Nivel de la propela durante el proceso de agitación.

- Después de agregar toda la disolución con copolímero, el calentamiento se aumenta desde la temperatura en que está un poco fluido hasta 180 °C que es la temperatura estandarizada para la modificación de asfalto.
- El calentamiento del baño se efectúa mediante calentamiento directo sobre una parrilla eléctrica conectada a un controlador de potencial eléctrico -transformador variable- para tener la temperatura requerida en el baño.
- A la mezcla, aparte de aumentársele el calentamiento, se le aumenta la agitación hasta 500 RPM, utilizando para ello un equipo de agitación (mezclador y una propela -agitador adecuado-).
- El proceso de mezclado dura 4 horas a partir de la adición de todo el copolímero.
- El mezclado se realiza con presión atmosférica.



## 4.4 PRUEBA DE LA TEMPERATURA DE ABLANDAMIENTO, TA

### *TEMPERATURA DE ABLANDAMIENTO TA (ASTM D36)<sup>20</sup>*

ASTM D36: Standard test method for softening point of bitumen, Ring and Ball.

La determinación de la temperatura de ablandamiento se debe hacer bajo las condiciones definidas por el método para que los resultados obtenidos puedan ser comparables. La temperatura de ablandamiento es reportada en ° C.

### *PROCEDIMIENTO*

- En un vaso de precipitados de 800 ml se vierten, a temperatura ambiente, 550 ml de etilenglicol.
- Se colocan los anillos estandarizados con las muestras de asfalto sobre el dispositivo junto con las guías para colocar y centrar balines.
- Se sumerge, el rac con las muestras, en el baño de etilenglicol; dicho baño se calienta lentamente con agitación muy suave (usando un agitador magnético) para obtener una temperatura homogénea en todo el líquido. El calentamiento es a una tasa de 5°C/min utilizando una parrilla eléctrica-magnética.



Figura 14. Prueba de temperatura de ablandamiento.

- El contenido en el anillo se empieza a ablandar en el curso del tiempo, permitiéndole al balín deslizarse hacia abajo envuelto con asfalto en dirección hacia una laminita que esta a una distancia de 25mm por debajo del platón.
- Cuando el balín envuelto en asfalto toca la lámina (recorrido de 1 pulgada), se lee la temperatura que marca el termómetro. Esta será la temperatura de ablandamiento.

- El valor final para la prueba es el promedio de los dos valores de temperatura de ablandamiento (TA de cada anillo).

## **4.5 PRUEBA DE PENETRACIÓN, PE**

### *PRUEBA DE PENETRACIÓN PE (ASTM D5)<sup>21</sup>*

ASTM D5: Standard test method for penetration of bituminous materials.

Se denomina penetración a la distancia en décimas de milímetro, que una aguja penetra verticalmente bajo condiciones de tiempo, peso y temperaturas estandarizadas.

### *PROCEDIMIENTO*

- Las muestras asfálticas en charolas de aluminio se colocan en un baño de agua fría (hielo) a 0° C por un tiempo de más o menos una hora para homogeneizar las temperaturas.
- Se inserta la aguja al penetrómetro (con mucho cuidado) y luego se atornilla para fijarla. Se coloca la pesa. Se ajusta el aparato hasta que su lectura de penetración sea igual a cero.
- Se coloca la base y se sostiene la charola en dicha base.
- La base es ajustada hasta que la aguja toque ligeramente la parte central de la superficie de la muestra.
- La aguja se libera por solo 5 segundos presionando el mango (liberando el seguro). Se toma la lectura de penetración.
- Se baja verticalmente la base un poco para que la muestra se suelte de la aguja. Se regresa la muestra al baño frío.
- La aguja se limpia con un paño empapado con n-heptano, de arriba hacia abajo en forma vertical.
- Todo el procedimiento se repite 5 veces o más.
- Para las siguientes penetraciones se coloca la aguja en otras regiones en la superficie central a no gran distancia de la penetración anterior y lejos de los bordes de la charola.
- Se toma la media de todos los datos y se les obtiene su desviación estándar.



Figura 15. Prueba de penetración.

## 4.6 FOTOGRAFÍAS DE MICROSCOPIA,

### MF2

La microscopía de fluorescencia es una técnica mediante la cual se obtienen micrografías reportadas en una sola escala y temperatura de trabajo (zoom 20X y 23-26 °C, respectivamente).

En las micrografías se pueden distinguir regiones de acomodo espacial distributivo de las sustancias capaces de fluorescer (copolímeros) y las regiones ocupadas por aquellas que no tienen esa capacidad (asfalto).

La microscopía de fluorescencia es usada para observar la compatibilidad y la apariencia de la dispersión del copolímero modificador en el asfalto.

#### *PROCEDIMIENTO*

- Se inicia el programa "AxioCam" (software).
- Se enciende la lámpara.
- Las muestras asfálticas en charolas de aluminio se colocan dentro del microscopio en la base para muestras.
- Se abre la rejilla para que pase el haz de luz.
- Se enfoca la muestra subiendo o bajando de nivel o hacia la izquierda o la derecha.
- Cuando ya esta enfocada y la imagen en la computadora se ve nítida se guarda la fotografía.

## 5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

*NOMENCLATURA EMPLEADA PARA LOS RESULTADOS DE TA, PE E IP:*

Para asfaltos AC-20 no modificados (TABLA 6):

*TABLA 6. NOMENCLATURA DE ASFALTO SIN MODIFICAR*

	Nomenclatura
AC-20 sin modificar	AC-20

Para asfaltos AC-20 modificados con copolímeros sin hidrogenar:

*TABLA 7. NOMENCLATURA DE LOS COPOLÍMEROS TRABAJADOS*

AC-20 modificado con el copolímero:	Nomenclatura
416	C1
4318	C2
1430	C3

Donde: C significa "copolímero modificador de asfalto". Y los números 1,2 y 3 escritos enseguida indica el tipo de copolímero (de tipo 416, 4318 o 1430, respectivamente).

Para asfaltos AC-20 modificados con copolímeros parcialmente hidrogenados<sup>12</sup>:

*TABLA 8. NOMENCLATURA DE ASFALTOS MODIFICADOS*

AC-20 modificado con el Copolímero parcialmente hidrogenado:	Nomenclatura
01 416 M02 <sup>12</sup>	C1P
01 416 M03 <sup>12</sup>	C1H
01 4318 02 <sup>12</sup>	C2P
01 4318 03 <sup>12</sup>	C2H
01 1430 02 <sup>12</sup>	C3P
01 1430 03 <sup>12</sup>	C3H

Donde: H significa máxima hidrogenación parcial alcanzada y P significa hidrogenación parcial menor que la alcanzada para H.

*GRADO DE SATURACIÓN (HIDROGENACIÓN) DE LOS COPOLÍMEROS MODIFICADORES<sup>12</sup>.*

*TABLA 9. GRADO DE HIDROGENACIÓN ALCANZADA PARA LOS COPOLÍMEROS PARCIALMENTE HIDROGENADOS Y LOS NO HIDROGENADOS*

	Copolímero empleado para modificar	Grado de hidrogenación global del copolímero(%)*
C1	416	0
C1P	416 p. hidrogenado	22.45
C1H	416 con el mayor grado p. de hidrogenación	59.16
C2	4318	0
C2P	4318 p. hidrogenado	37.50
C2H	4318 con el mayor grado p. de hidrogenación	68.53
C3	1430	0
C3P	1430 p. hidrogenado	0.81
C3H	1430 con el mayor grado p. de hidrogenación	3.71

\* Datos obtenidos en la referencia 12

Donde P = parcial (mente)

Como se aprecia, el grado de saturación de los copolímeros C1, C2 y C3, es cero porque no tienen ningún grado de saturación (no están hidrogenados).

## 5.1 TEMPERATURA DE ABLANDAMIENTO TA

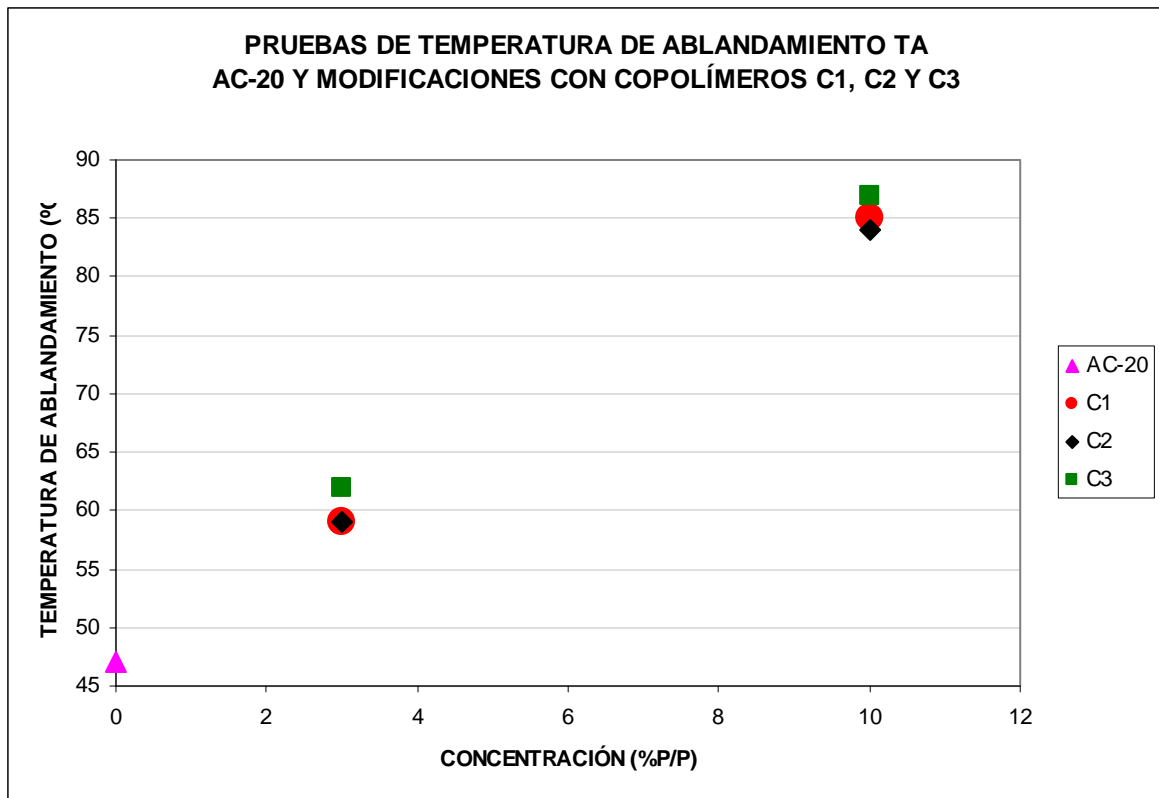


Figura TR1. TA AC-20 y asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.

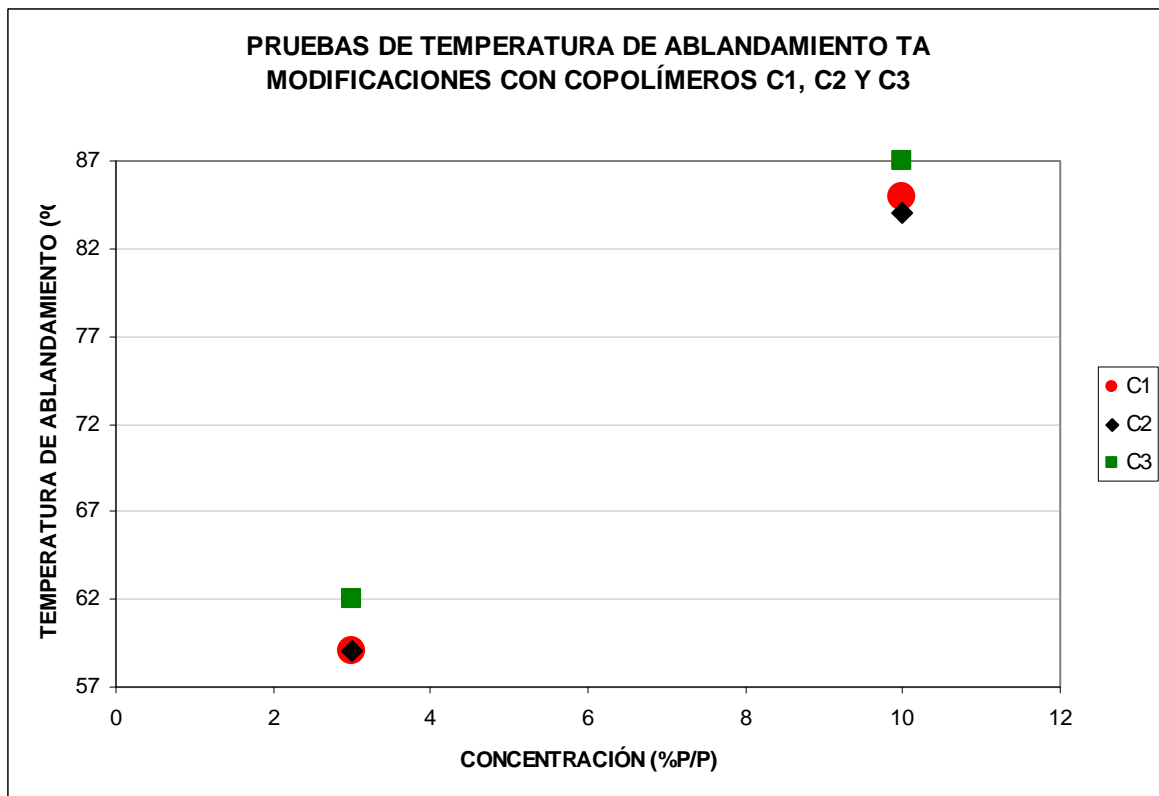


Figura TR2. TA asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.

En la Figura TR1 se muestran:

- La TA del asfalto sin modificar (AC-20).
- Las TA de asfaltos modificados con copolímeros C1, C2 y C3 en dos diferentes concentraciones (3 y 10%). Los copolímeros son no hidrogenados (son puros).

En estas mezclas de asfalto con copolímeros...

- Se observa inicialmente que cuando el asfalto se modifica, la TA que presenta es diferente que cuando no se modifica.
- En todos los casos las TA son mayores cuando se modifican.

En la Figura TR2 se muestran únicamente:

- Las TA de asfaltos modificados con copolímeros no hidrogenados (C1, C2 y C3) en dos diferentes concentraciones (3 y 10%).

En estas mezclas de asfalto con copolímeros no hidrogenados...

- Usando cualquiera de los tres copolímeros para modificar se nota que cuando su concentración se aumenta también la TA se aumenta.
- Los asfaltos modificados con C1 (copolímero estrella) y con C2 (copolímero lineal) ofrecen menor resistencia al ablandamiento tanto al 3 como al 10% de concentración.
- A concentraciones bajas y altas, el asfalto que presenta la mayor resistencia al ablandamiento es el modificado con C3 (copolímero lineal).

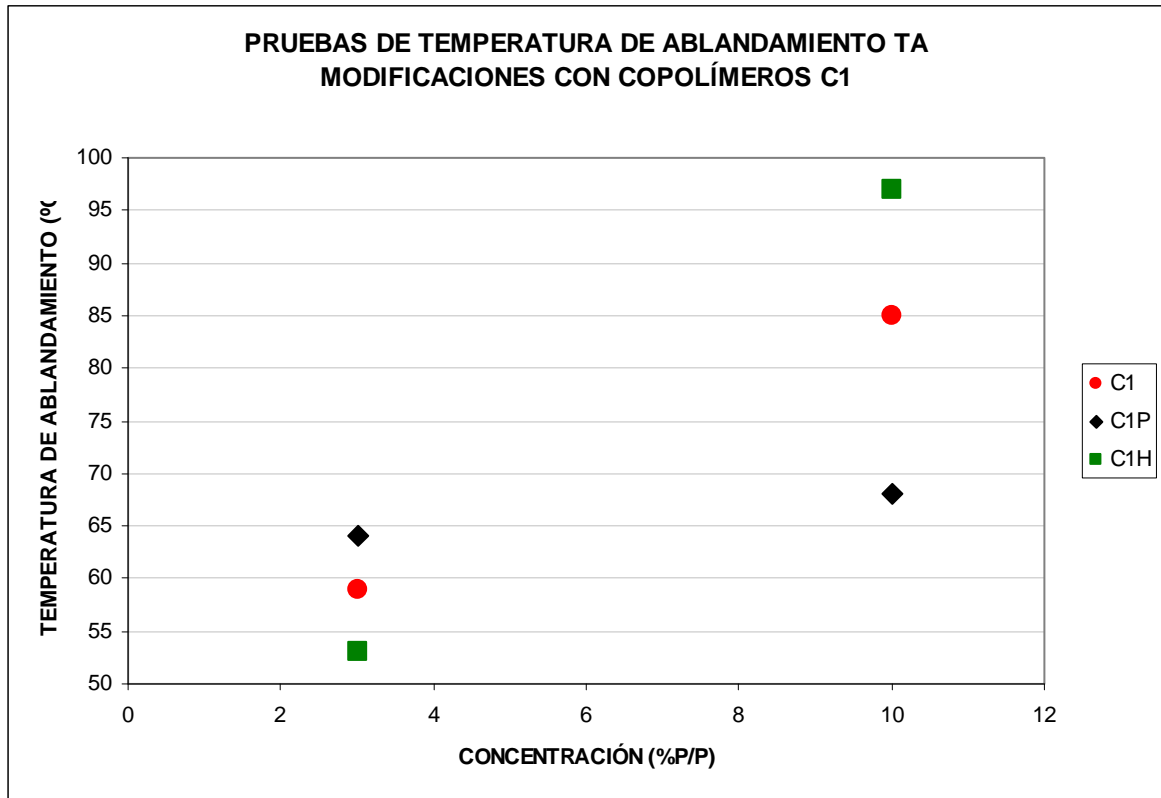


Figura TR3. TA asfaltos modificados con copolímeros tipo C1

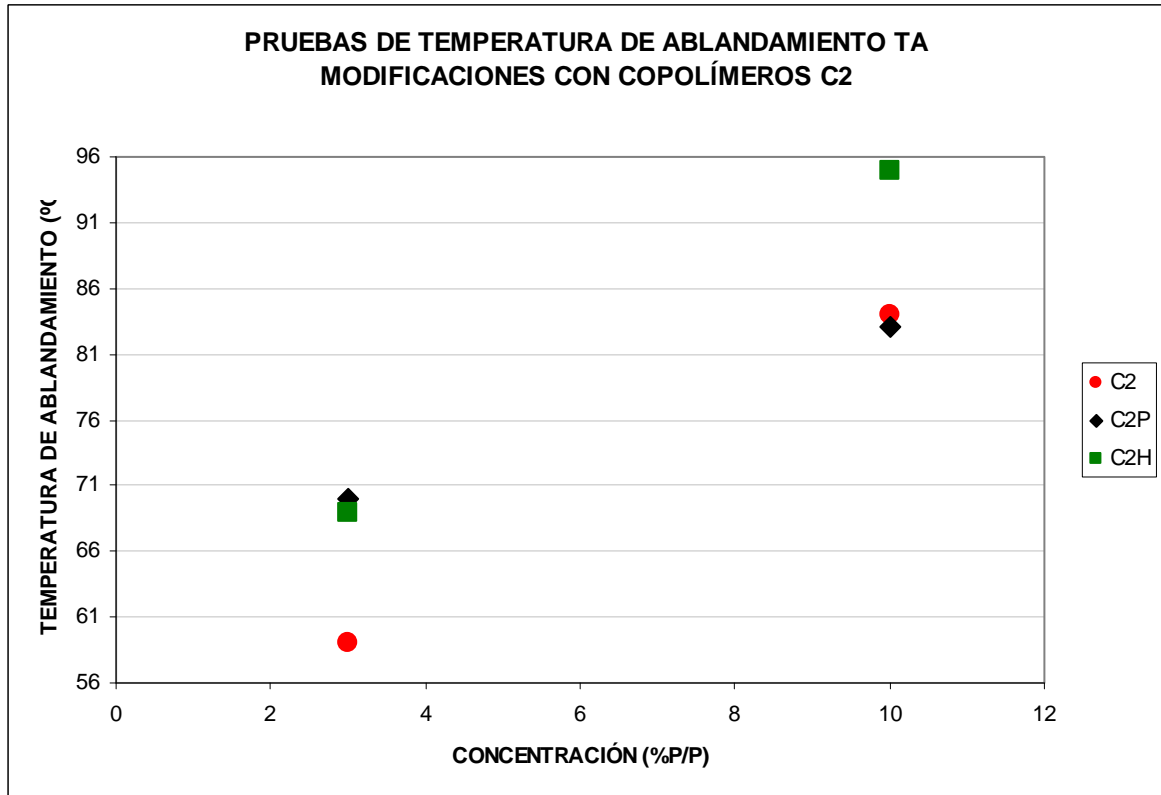


Figura TR4. TA asfaltos modificados con copolímeros tipo C2.



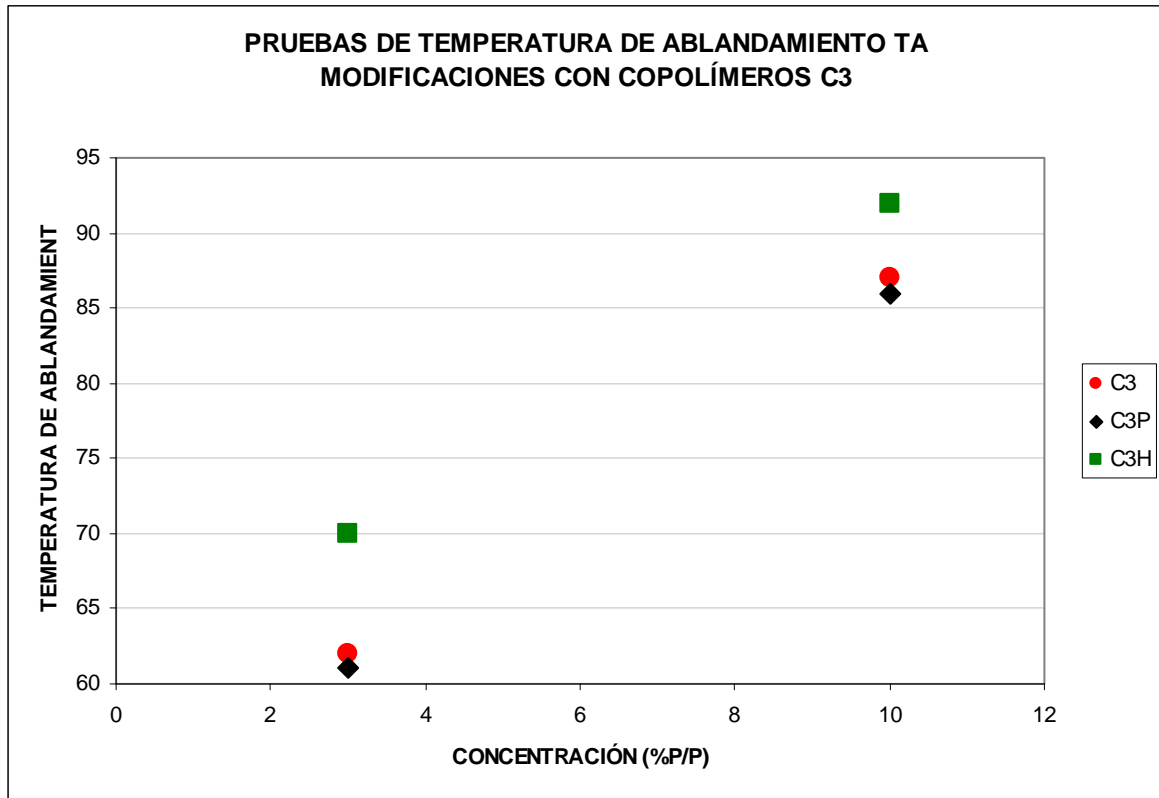


Figura TR5. TA asfaltos modificados con copolímeros tipo C3.

En las Figuras (TR3 a TR5) se muestran:

- Las TA de asfaltos modificados con copolímeros puros y parcialmente hidrogenados de los tipos
  - C1 (Figura TR3),
  - C2 (Figura TR4) y
  - C3 (Figura TR5),
 en las cuales la TA se reporta a dos diferentes concentraciones (3 y 10%) para cada uno de los grados de hidrogenación de cada copolímero.

Por ejemplo, en la Figura TR3, se muestran las TA de asfalto modificado con el copolímero sin hidrogenar (C1), el copolímero parcialmente hidrogenado (C1P) y el copolímero parcialmente más hidrogenado (C1H) a dos diferentes concentraciones.

En la Figura TR3 se observa que:

- La TA, a bajas concentraciones, del C1H es la menor y la TA del C1P la mayor.
- La TA, a altas concentraciones, del C1P es la menor y la TA del C1H es la mayor.

En la Figura TR4 se observa que:

- La TA, a bajas concentraciones, del C2 es la menor y las TA del C2P y del C2H son las mayores.
- Las TA, a altas concentraciones, del C2 y del C2P son las menores y la TA del C2H es la mayor.

En la Figura TR5 se observa que:

- Tanto a bajas como a altas concentraciones, las TA del C3 y del C3P son las menores y las TA del C3H son las mayores.

En general, en los datos de las modificaciones con los copolímeros con respecto a su TA, se observa que:

- Usando, para modificar, cualquiera de los copolímeros (hidrogenados o no) las TA son diferentes (comúnmente mayores) que cuando no se modifica al asfalto.
- Se nota que cuando la concentración se aumenta también la TA se aumenta sin importar si esta parcialmente hidrogenado o no.
- El efecto modificador del grado de hidrogenación se nota en que aumenta la TA. En todos los casos presentados, el aumento del grado de hidrogenación dio mayor resistencia al reblandecimiento a altas concentraciones de copolímero.

- La resistencia al ablandamiento que presentan los asfaltos modificados con copolímeros usando como parámetro las temperaturas de ablandamiento, se puede ordenar de la siguiente forma:

No hidrogenados:  $C3 > C1 > C2$

C3 tiene TA mayor que el C2, el C2 tiene menor resistencia al ablandamiento.

Parcialmente hidrogenados:

a) Tipo C1:  $C1H > C1 > C1P$

C1H tiene TA mayor que los C1P y C1, el C1H tiene menor ablandamiento a las TA de los otros dos.

b) Tipo C2:  $C2H > C2P > C2$

C2H tiene TA mayor que los C2 y C2P, de estos últimos su ablandamiento inicia a temperaturas menores que la TA de C2H.

c) Tipo C3:  $C3H > (C3 \text{ y } C3P)$ .

C3H tiene TA mayor que los C2 y C2P, del C3H su ablandamiento es más tardío cuando se incrementa paulatinamente la temperatura de desempeño.

En todos los casos se nota que las TA más altas corresponden a los asfaltos modificados con copolímeros con máxima la hidrogenación lograda.

## 5.2 PENETRACIÓN PE (CONDICIÓN DE TEMPERATURA 25°C)

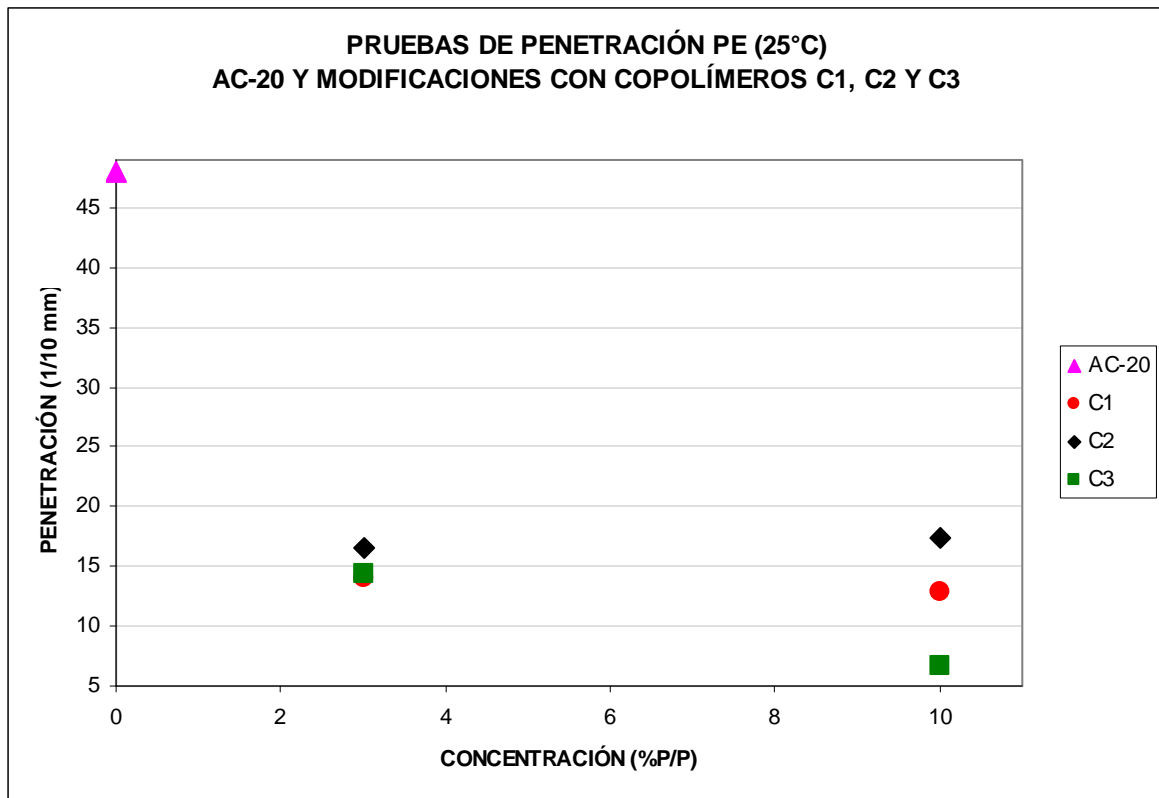


Figura PR1. PE AC-20 y asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.

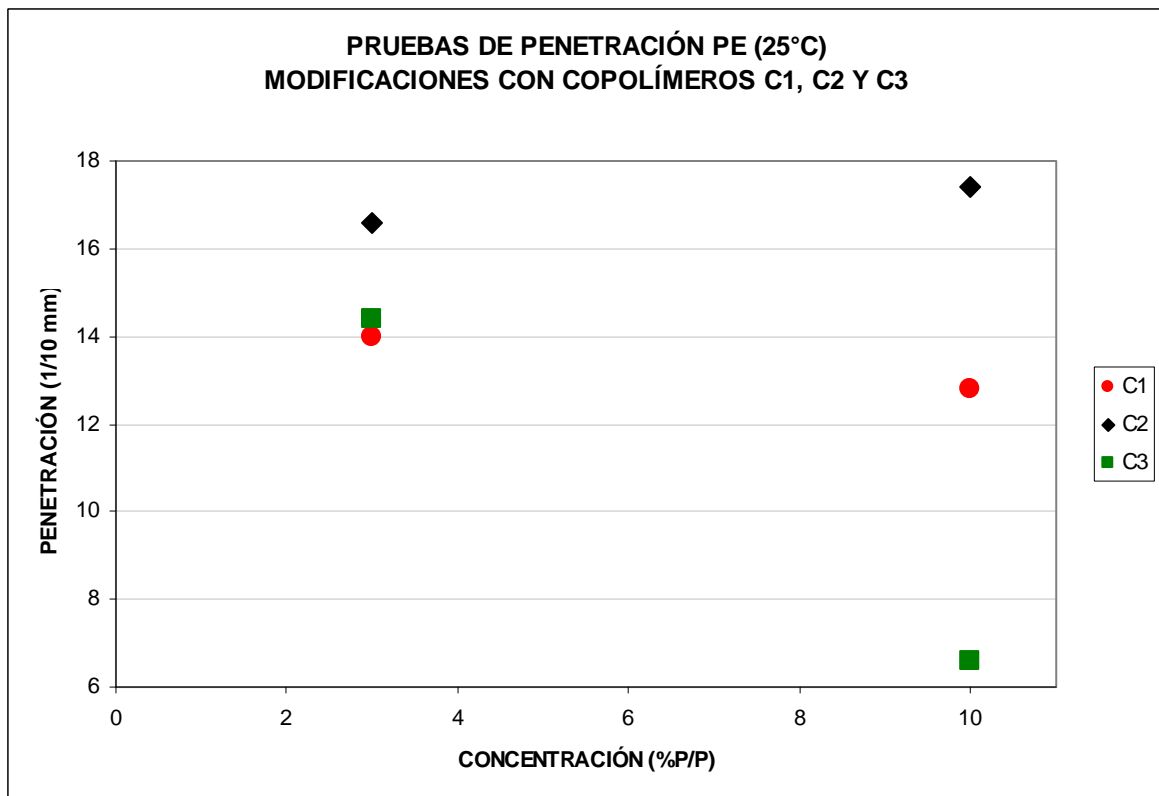


Figura PR2. PE asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.

En la Figura PR1 se muestran:

- La PE del asfalto sin modificar (AC-20).
- Las PE de asfaltos modificados con copolímeros C1, C2 y C3 en dos diferentes concentraciones (3 y 10%). Los copolímeros son no hidrogenados (son puros).

En estas mezclas de asfalto con copolímeros...

- Se observa inicialmente que cuando el asfalto se modifica, las PE que presenta son diferentes que cuando no se modifica.
- En todos los casos las PE son menores cuando se modifica.

En la Figura PR2 se muestran únicamente:

- Las PE de asfaltos modificados con copolímeros no hidrogenados (C1, C2 y C3) en dos diferentes concentraciones (3 y 10%).

En estas mezclas de asfalto con copolímeros no hidrogenados...

- Usando los copolímeros C1 y C3 para modificar se nota que cuando su concentración se aumenta la PE se disminuye, caso ligeramente contrario para el C2.
- A concentraciones bajas y altas, el asfalto que presenta la menor resistencia a la penetración es el modificado con C2 (copolímero lineal).
- Los asfaltos modificados con C1 (copolímero estrella) y con C3 (copolímero lineal) ofrecen mayor resistencia a la penetración. Es más notorio para el caso del C3 al 10%.

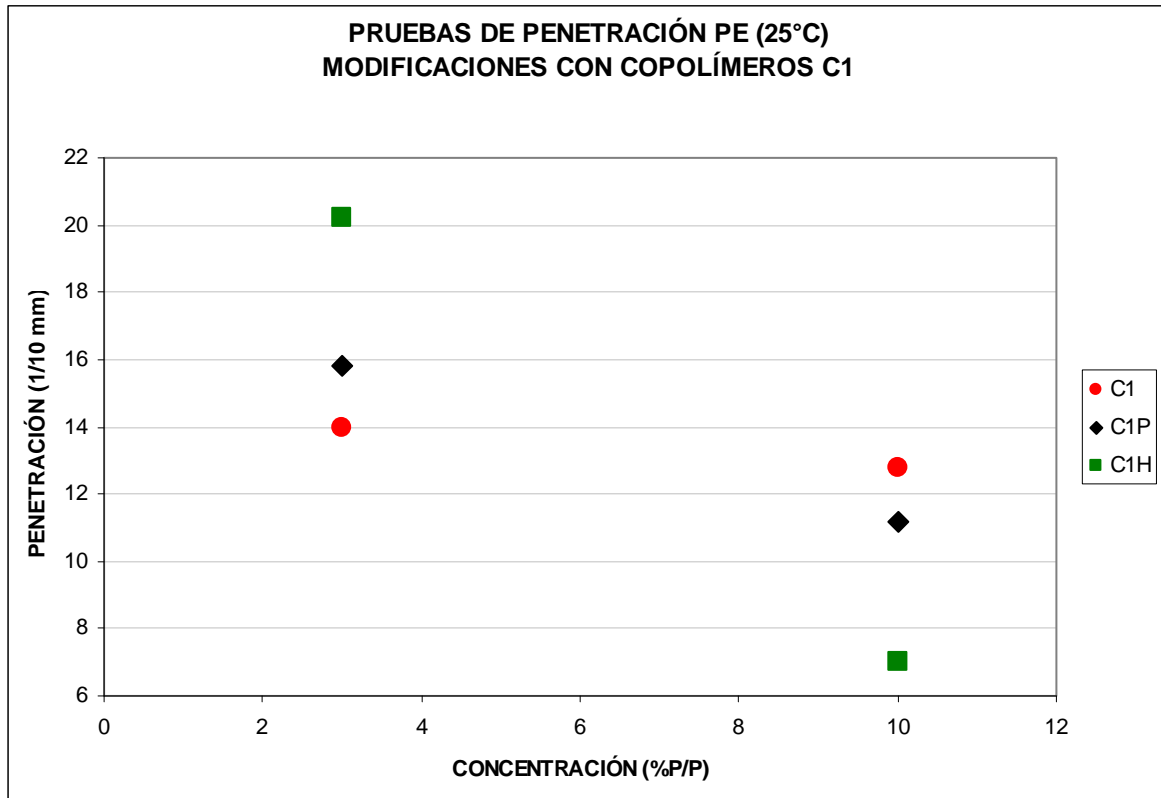


Figura PR3. PE asfaltos modificados con copolímeros tipo C1

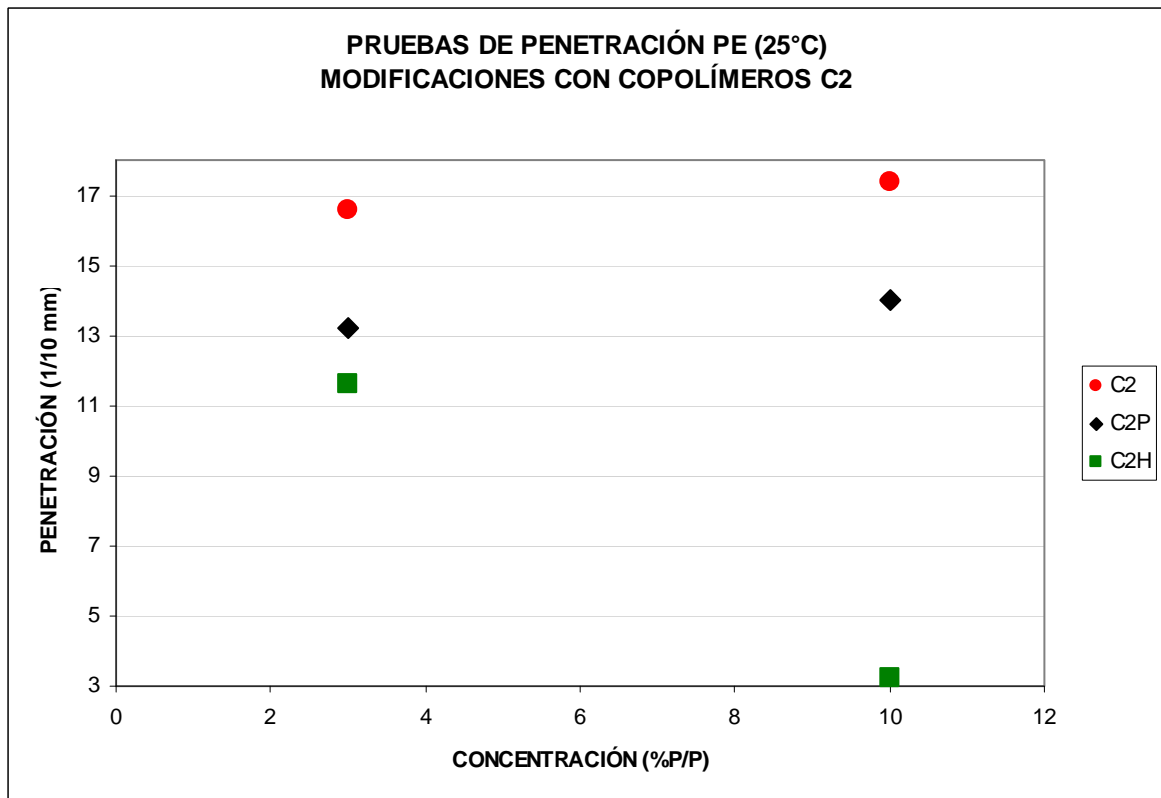


Figura PR4. PE asfaltos modificados con copolímeros tipo C2.

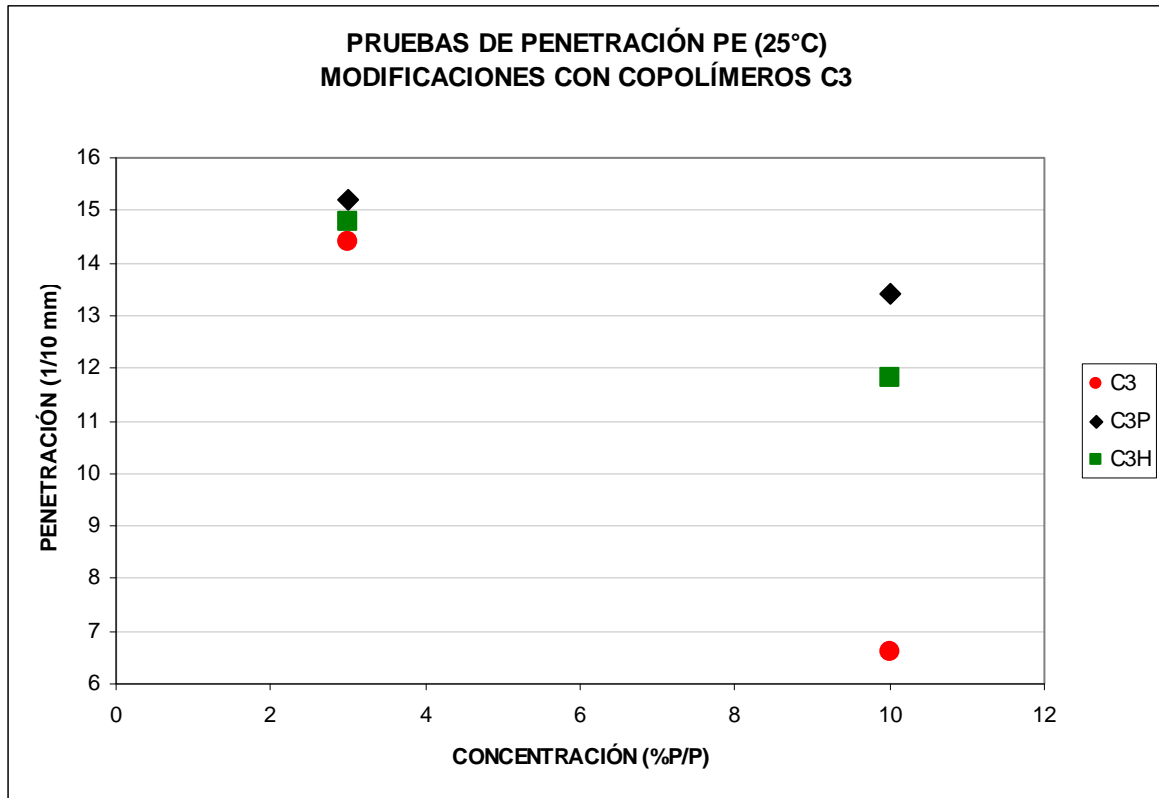


Figura PR5. PE asfaltos modificados con copolímeros tipo C3.

En las Figuras (PR3 a PR5) se muestran:

- Las PE de asfaltos modificados con copolímeros puros y parcialmente hidrogenados de los tipos
  - C1 (Figura PR3),
  - C2 (Figura PR4) y
  - C3 (Figura PR5),
 en las cuales la PE se reporta a dos diferentes concentraciones (3 y 10%) para cada uno de los grados de hidrogenación de cada copolímero.

Por ejemplo, en la Figura PR3, se muestran las PE de asfalto modificado con el copolímero sin hidrogenar (C1), el copolímero parcialmente hidrogenado (C1P) y el copolímero parcialmente más hidrogenado (C1H) a dos diferentes concentraciones.

En la Figura PR3 se observa que:

- La PE, a bajas concentraciones, del C1H es la mayor y las PE del C1 y C1P las menores.
- La PE, a altas concentraciones, del C1 es la mayor y la PE del C1H es la menor.

En la Figura PR4 se observa que:

- Las PE, a bajas y altas concentraciones, del C2 son las mayores y las PE del C2P y del C2H son las menores.
- Al aumentar la concentración en el caso del C2H la PE disminuye y los otros dos casos (C2 y C2P) la PE aumenta.

En la Figura PR5 se observa que:

- Las PE, a bajas concentraciones, del C3, C3P y C3H caen dentro del límite del error experimental (2 décimas de mm). Los valores están muy cercanos uno del otro.
- Las PE, a altas concentraciones, del C3P y del C3H son las más altas y la PE que presenta el C3 es la más baja.

En general, en los datos de las modificaciones con los copolímeros con respecto a su PE, se observa que:

- Usando, para modificar, cualquiera de los copolímeros (hidrogenados o no) las PE son diferentes (comúnmente menores) que cuando no se modifica al asfalto.
- Se nota que cuando la concentración se aumenta en muchos casos la PE disminuye sin importar si esta parcialmente hidrogenado o no.



- El efecto modificador del grado de hidrogenación se nota en que disminuye la PE. En la mayoría de los casos presentados, el aumento del grado de hidrogenación dio mayor consistencia rígida.
- La consistencia rígida que presentan los asfaltos modificados con copolímeros usando como parámetro la penetración, se puede ordenar de la siguiente manera:

No hidrogenados:  $C3 > C1 > C2$

C3 tiene PE menor que el C2, el C2 tiene mayor consistencia blanda que el C3.

Parcialmente hidrogenados:

a) Tipo C1:  $C1H > C1P > C1$

C1H tiene PE menor que los C1P y C1, el C1H tiene mayor consistencia rígida que los otros dos.

b) Tipo C2:  $C2H > C2P > C2$

C2H tiene PE menor que los C2 y C2P, la consistencia rígida de estos últimos es menor que la de C2H.

c) Tipo C3:  $C3 > C3H > C3P$

C3 tiene PE menor que los C3H y C3P, el C3 sin hidrogenar tiene más consistencia rígida que sus similares hidrogenados.

En la mayoría de los casos se nota que las PE más altas corresponden a los asfaltos modificados con copolímeros con máxima hidrogenación lograda.

## 5.3 ÍNDICE DE PENETRACIÓN

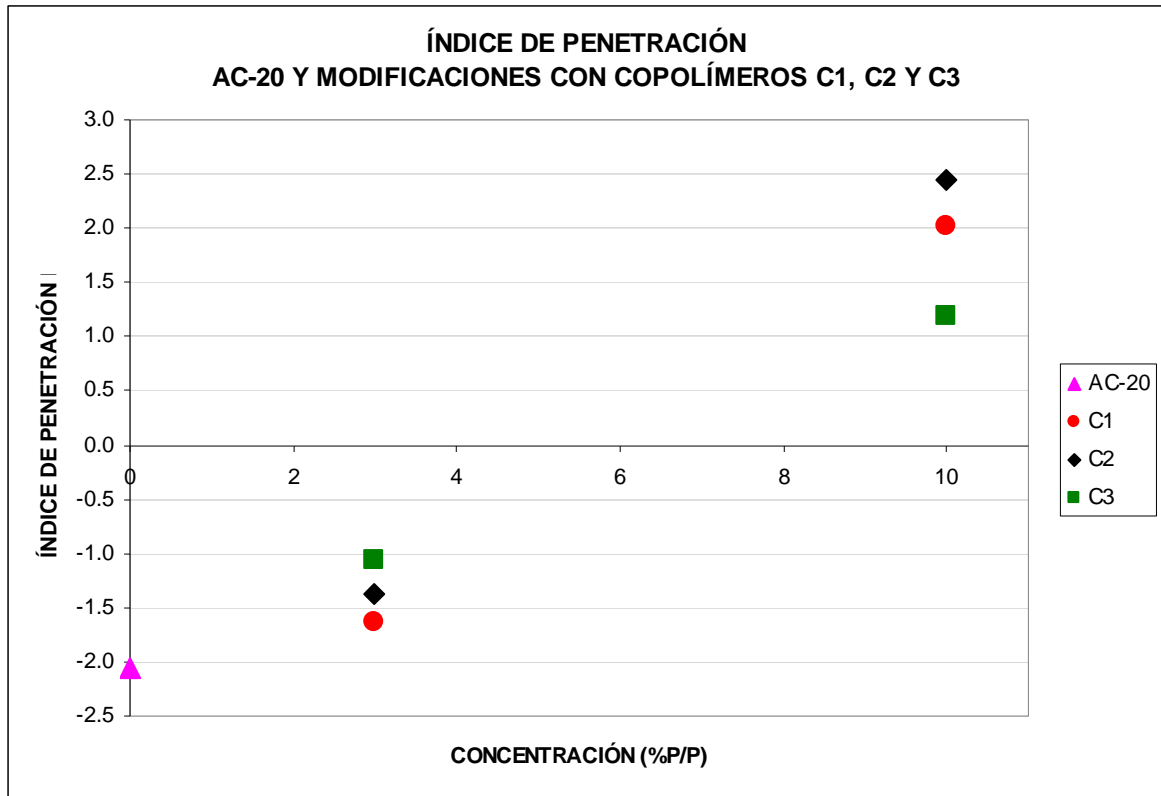


Figura IR1. IP AC-20 y asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.

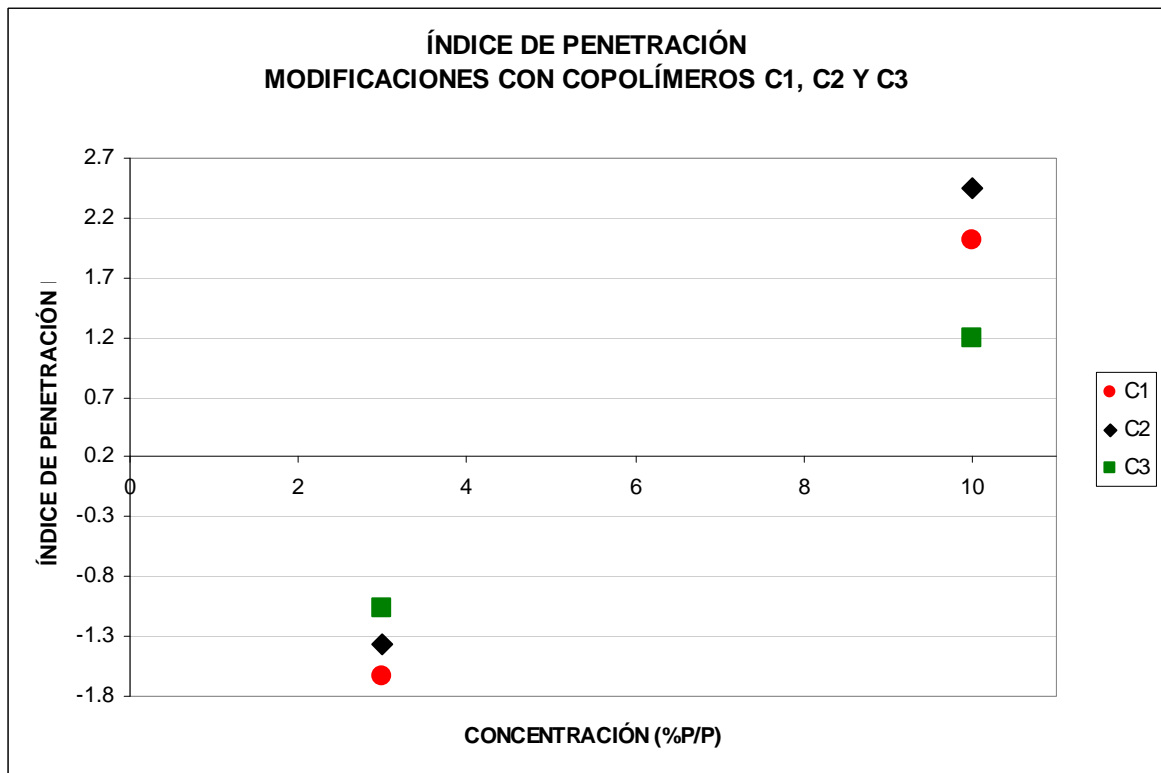


Figura IR2. IP asfaltos modificados con copolímeros sin hidrogenar.

En la Figura IR1 se muestran:

- El IP del asfalto sin modificar (AC-20).
- Los IP de asfaltos modificados con copolímeros C1, C2 y C3 en dos diferentes concentraciones (3 y 10%). Los copolímeros son no hidrogenados (son puros).

En estas mezclas de asfalto con copolímeros...

- Se observa inicialmente que cuando el asfalto se modifica, los IP que presenta son diferentes que cuando no se modifica.
- En todos los casos los IP son mayores cuando se modifica.

En la Figura IR2 se muestran únicamente:

- Los IP de asfaltos modificados con copolímeros no hidrogenados (C1, C2 y C3) en dos diferentes concentraciones (3 y 10%).

En estas mezclas de asfalto con copolímeros no hidrogenados...

- Usando cualquiera de los tres copolímeros para modificar se nota que cuando su concentración se aumenta también el IP se aumenta.
- Los asfaltos modificados con C1 (copolímero estrella) y con C2 (copolímero lineal) ofrecen menor resistencia termomecánica a 3% comparándolos con el C3 (copolímero lineal); esta tendencia se ve contrariada cuando las concentraciones de cada uno son del 10% donde ahora el C3 es el de menor resistencia termomecánica.

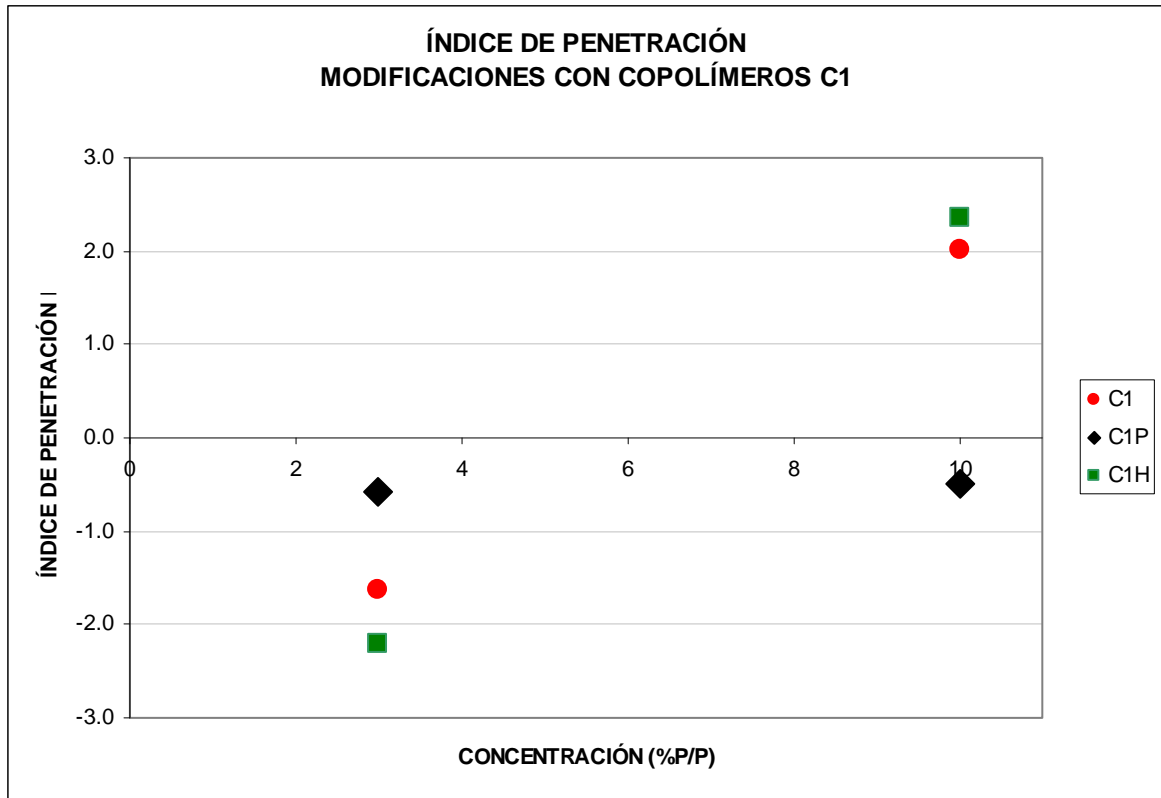


Figura IR3. IP asfaltos modificados con copolímeros tipo C1

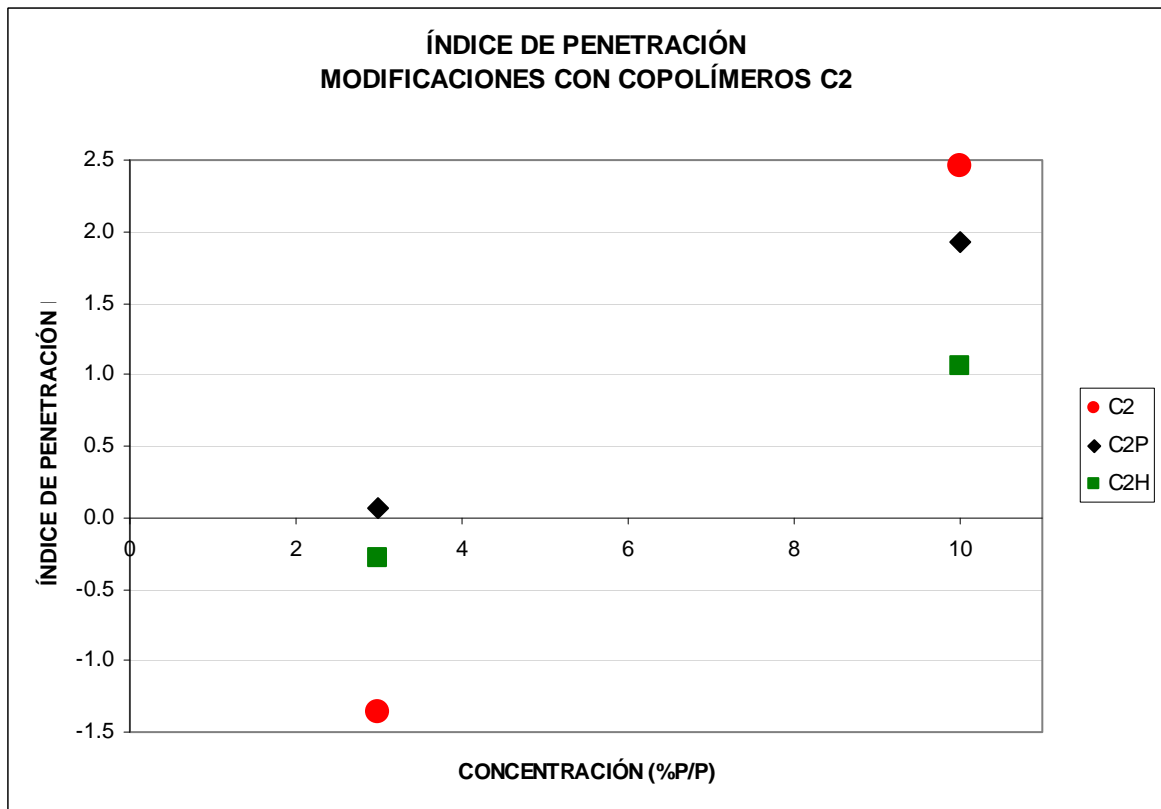
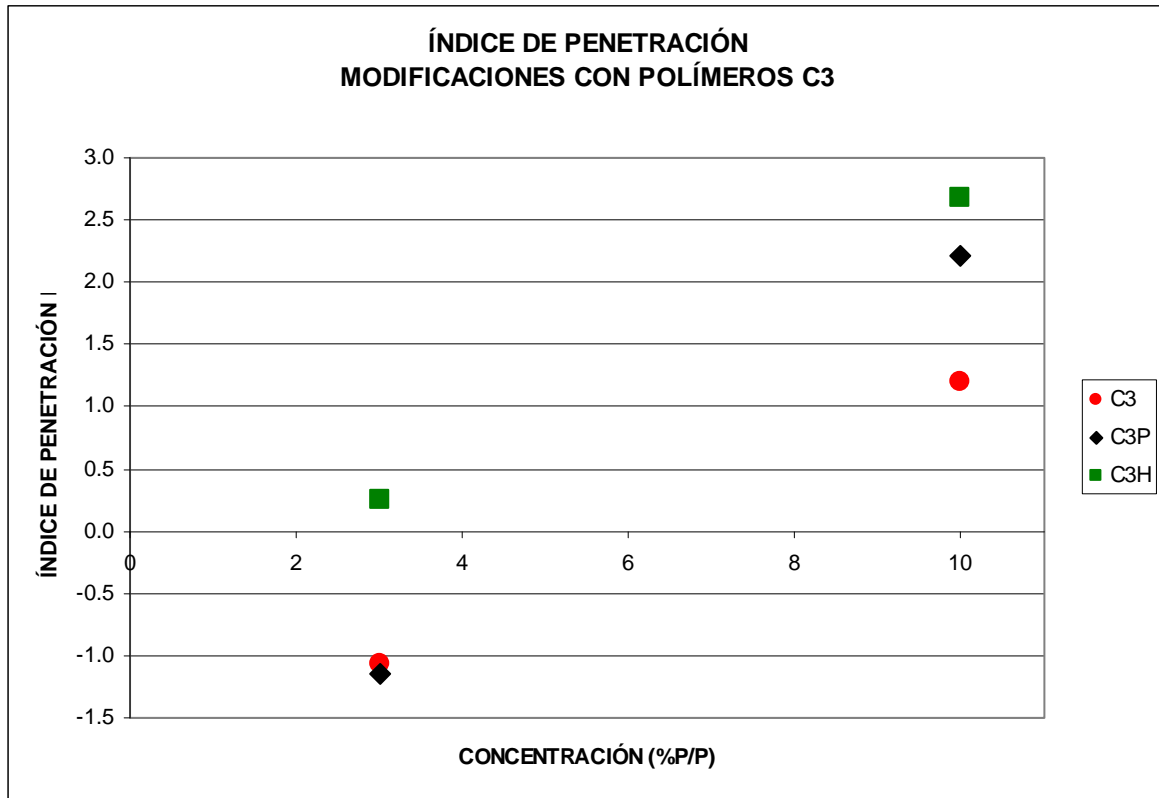


Figura IR4. IP asfaltos modificados con copolímeros tipo C2.



*Figura IR5. IP asfaltos modificados con copolímeros tipo C3.*

En las Figuras (IR3 a IR5) se muestran:

- Los IP de asfaltos modificados con copolímeros puros y parcialmente hidrogenados de los tipos
  - C1 (Figura IR3),
  - C2 (Figura IR4) y
  - C3 (Figura IR5),
 en las cuales el IP se reporta a dos diferentes concentraciones (3 y 10%) para cada uno de los grados de hidrogenación de cada copolímero.

Por ejemplo, en la Figura PR3, se muestran los IP de asfalto modificado con el copolímero sin hidrogenar (C1), el copolímero parcialmente hidrogenado (C1P) y el copolímero parcialmente más hidrogenado (C1H) a dos diferentes concentraciones.

En la Figura IR3 se observa que:

- Los IP, a bajas concentraciones, del C1 y C1H son los menores y el IP del C1P es el mayor.
- El IP, a altas concentraciones, del C1P es el menor y los IP del C1 y C1H son los mayores.

En la Figura IR4 se observa que:

- El IP, a bajas concentraciones, del C2 es el menor y los IP del C2P y del C2H son los mayores.
- El IP, a altas concentraciones, del C2H es el menor y los IP del C2 y C2P son los mayores.

En la Figura IR5 se observa que:

- Los IP, a bajas y altas concentraciones, del C3 y C3P son los menores y el IP del C3H es el mayor.
- El IP, a altas concentraciones, del C3 es el menor comparado con el C3P.

En general, en los datos de las modificaciones con los copolímeros con respecto a su IP, se observa que:

- Usando, para modificar, cualquiera de los copolímeros (hidrogenados o no) los IP son diferentes (comúnmente mayores) que cuando no se modifica al asfalto.
- Se nota que cuando la concentración se aumenta el IP aumenta también sin importar si esta parcialmente hidrogenado o no.

- La clasificación que presentan los asfaltos modificados con copolímeros usando como parámetro el índice de penetración (orden decreciente), se puede ordenar de la siguiente manera:

No hidrogenados:  $C2 > C1 > C3$

C3 tiene IP menor que el C2 y que el C1, el C2 tiene mayor IP que el C1.

Parcialmente hidrogenados:

a) Tipo C1:  $C1H > C1 > C1P$

C1H tiene IP mayor que los C1P y C1, el C1 tiene mayor IP que el C1P.

b) Tipo C2:  $C2 > C2P > C2H$

C2 tiene IP mayor que los C2P y C2H, el IP de C2H es menor que el de C2P.

c) Tipo C3:  $C3H > C3P > C3$

C3 tiene IP menor que los C3H y C3P, el C3P tiene IP menor que el C3H.

En la mayoría de los casos se nota que los IP más altos corresponden a los asfaltos modificados con copolímeros con máxima hidrogenación lograda.

## 5.4 MICROSCOPIA DE FLUORESCENCIA

En las Figuras M1 a M18 se muestran las fotografías de microscopía de asfalto AC-20 modificado con copolímeros. Así mismo su análisis posterior.

Todas las mezclas fueron hechas a partir de AC-20 y se diferencian entre sí por tres aspectos:

- Tipo de copolímero empleado para modificar: C1, C2 o C3.
- Concentración del copolímero en la mezcla: 3 o 10%.
- Grado de hidrogenación del copolímero: sin hidrogenar, parcialmente hidrogenado (P) o parcialmente más hidrogenado (H).

En las imágenes que se obtuvieron mediante el Análisis por Microscopía de Fluorescencia (AMF) de las muestras de asfalto modificado se distinguen dos fases (una clara y una oscura) que corresponden a:

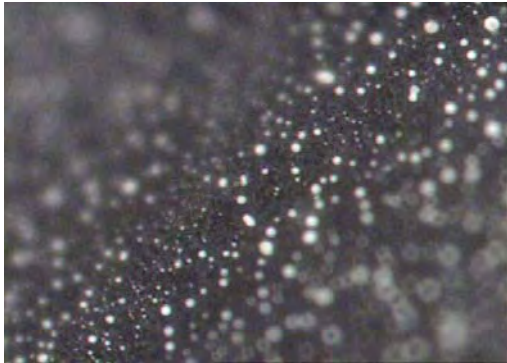
- *Fase rica en copolímero, FRC* (fase clara).
- *Fase rica en asfalto, FRA* (fase oscura).

Esto es así porque la FRC absorbe menos radiación y es capaz de emitir una parte de la energía que le es aplicada a la muestra (*fluorescencia*), en tanto que la FRA absorbe la mayor parte de la energía y prácticamente no emite *energía por fluorescencia*.

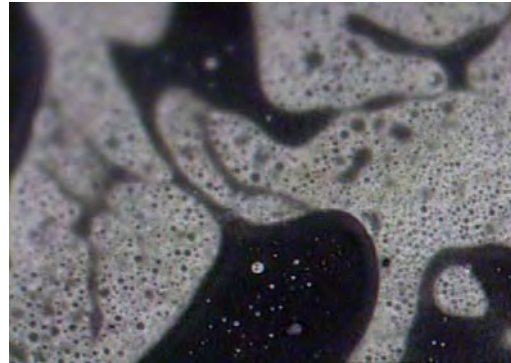
La proporción del área que ocupan las FRC y FRA dependen de la concentración del polímero en la mezcla: en general, la cantidad de superficie clara es directamente proporcional a la concentración de copolímero.



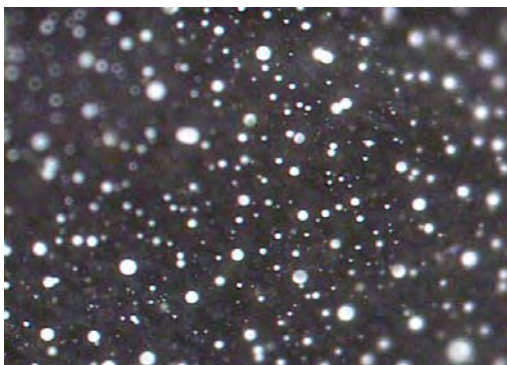
*MICROSCOPIA DE FLOURESCENCIA TIPO C1*



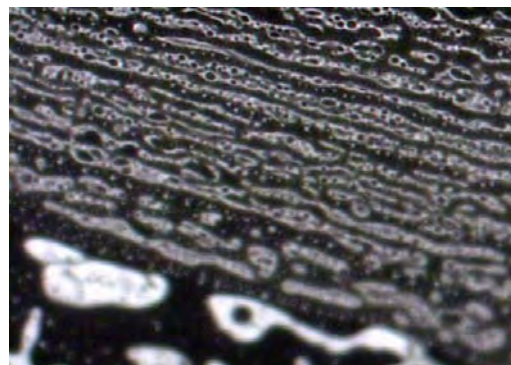
*Figura M1. 3% COPOLÍMERO C1*



*Figura M2. 10% COPOLÍMERO C1*



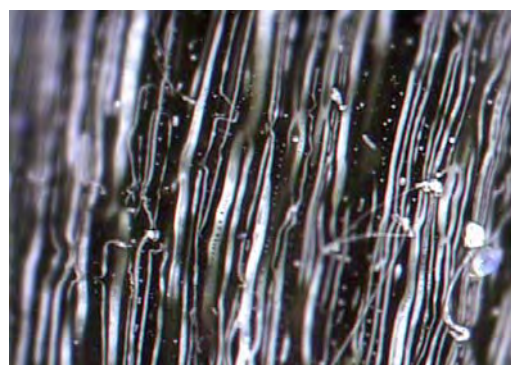
*Figura M3. 3% COPOLÍMERO C1P*



*Figura M4. 10% COPOLÍMERO C1P*



*Figura M5. 3% COPOLÍMERO C1H*



*Figura M6. 10% COPOLÍMERO C1H*

En las modificaciones realizadas con los copolímeros de tipo C1 (Figuras M1 a M6), se observa que:

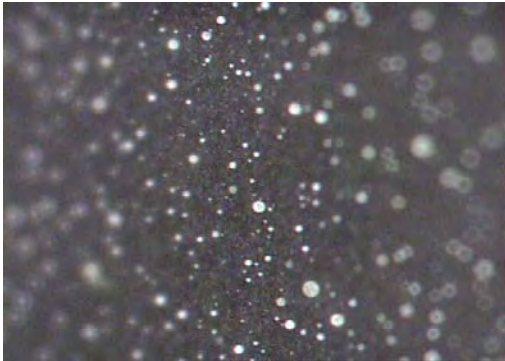
*Cuando la concentración es baja*

- El copolímero presenta una morfología con partículas de la FRC de forma esferoidal, de tamaño relativamente muy pequeño y distribuidas de una manera considerablemente uniforme en una matriz de la FRA.
- Se observa que el tamaño de las partículas que se formaron del C1H son ligeramente de menor tamaño comparadas con las partículas de los C1 y C1P.

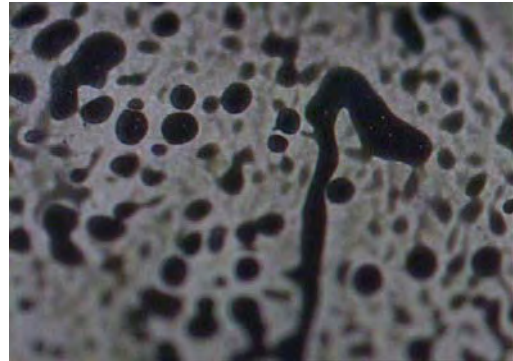
*Cuando la concentración es alta*

- El área que ocupa la FRC es considerablemente mayor comparada con el área que ocupa dicha fase en las mezclas con baja concentración de copolímero. La distribución de las FRC y FRA no es uniforme y es diferente para cada muestra de asfalto modificado.
- Para el C1 notamos que hay regiones donde hay aglomeración la FRC con pequeñas inclusiones de FRA, y otras donde se muestra lo contrario: la FRA aparece sola o con muy pequeñas inclusiones de FRC.
- La distribución de las fases que constituyen la morfología de la mezcla C1P es diferente de las otras porque muestra aglomeraciones en forma de líneas intercaladas.
- La morfología de C1H es semejante a la de C1P, excepto que las líneas de la FRP son más angostas y compactas, y se encuentran más aisladas de la FRA.
- El color blanco se ve más intenso en las líneas angostas y compactas porque significa que los maltenos no entran a la matriz del copolímero que se mantiene compacta.

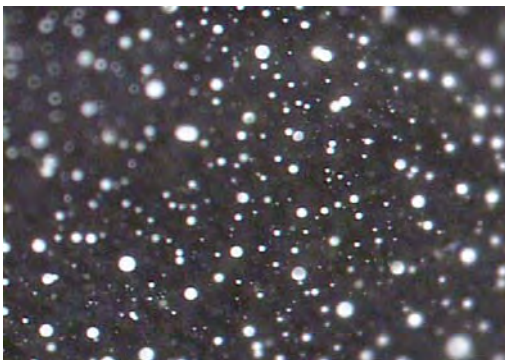
*MICROSCOPIA DE FLOURESCENCIA TIPO C2*



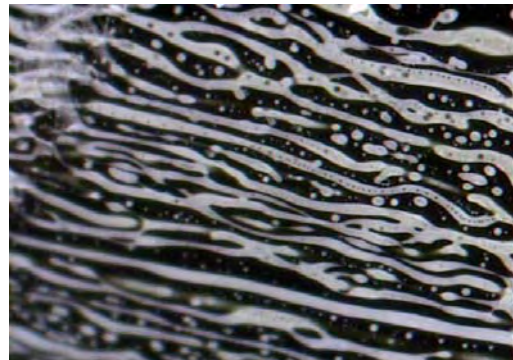
*Figura M7. 3% COPOLÍMERO C2*



*Figura M8. 10% COPOLÍMERO C2*



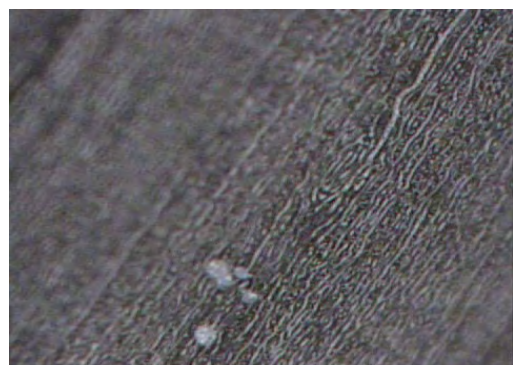
*Figura M9. 3% COPOLÍMERO C2P*



*Figura M10. 10% COPOLÍMERO C2P*



*Figura M11. 3% COPOLÍMERO C2H*



*Figura M12. 10% COPOLÍMERO C2H*

En las modificaciones realizadas con los copolímeros de tipo C2 (Figuras M7 a M12) se observa que:

*Cuando la concentración es baja*

- El copolímero presenta una morfología con partículas de la FRC de forma esferoidal, de tamaños relativamente pequeños y distribuidas de una manera considerablemente uniforme en una matriz de la FRA.
- Se observa que el tamaño de las partículas que se formaron del C2H son de mucho mayor tamaño comparadas con las partículas de los C1 y C1P.

*Cuando la concentración es alta*

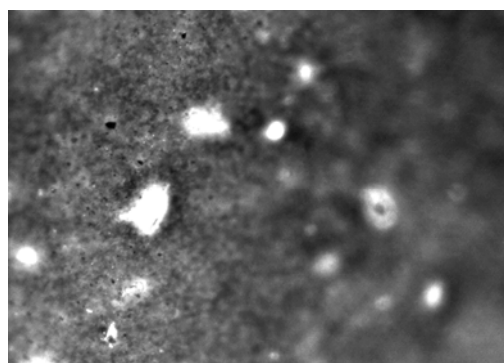
- El área que ocupa la FRC es considerablemente mayor comparada con el área que ocupa dicha fase en las mezclas con baja concentración de copolímero. La distribución de las FRC y FRA es más uniforme comparada con sus similares al 10% de C1. La distribución es diferente para cada muestra de asfalto modificado.
- Para el C1 notamos que la FRC es muy extensa con inclusiones muy notables de FRA. La FRA esta distribuida de manera muy uniforme en una matriz de FRC.
- La distribución de las fases que constituyen la morfología de la mezcla C2P es diferente porque muestra aglomeraciones en forma de líneas intercaladas.
- La morfología de C2H es semejante a la de C2P, excepto que las líneas de la FRP son mucho más angostas, y se encuentran menos aisladas de la FRA.



*MICROSCOPIA DE FLOURESCENCIA TIPO C3*



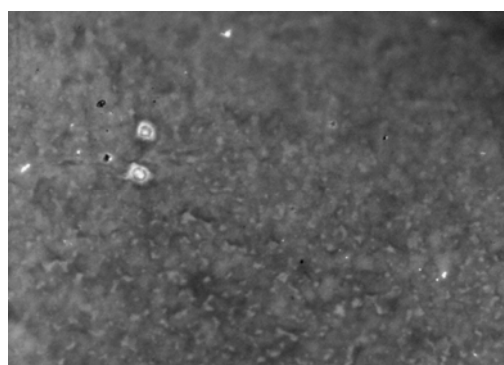
*Figura M13. 3% COPOLÍMERO C3*



*Figura M14. 10% COPOLÍMERO C3*



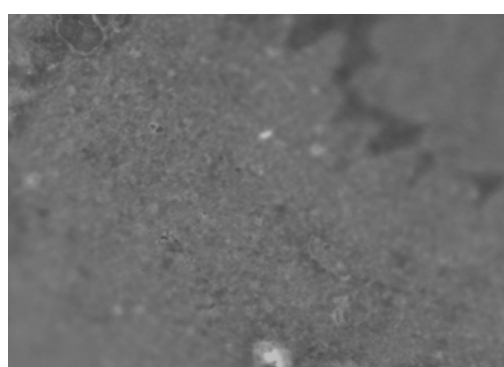
*Figura M15. 3% COPOLÍMERO C3P*



*Figura M16. 10% COPOLÍMERO C3P*



*Figura M17. 3% COPOLÍMERO C3H*



*Figura M18. 10% COPOLÍMERO C3H*

En las modificaciones realizadas con los copolímeros de tipo C3 (Figuras M13 a M18), se observa que:

*Cuando la concentración es baja*

- El copolímero presenta una morfología con partículas de la FRC de forma indefinida, de tamaño relativamente pequeño y distribuidas de una manera considerablemente uniforme en una matriz de la FRA.
- Se observa que el tamaño de las partículas que se formaron del C3 son ligeramente más grandes comparadas con las partículas de los C3P y C3H.

*Cuando la concentración es alta*

- El área que ocupa la FRC es considerablemente mayor comparada con el área que ocupa dicha fase en las mezclas con baja concentración de copolímero. La distribución de las FRC y FRA es más uniforme comparada con sus similares al 10% de C1.
- Similarmente en las tres mezclas (C3, C3P y C3H) notamos que la FRC es muy extensa con inclusiones muy pequeñas de la FRA.
- La distribución de las fases de FRA que constituyen la morfología de las mezclas cambia únicamente por las inclusiones cada vez más pequeñas en las matrices de FRC cuando se aumenta el grado de hidrogenación. El C3H tiene ligeramente menos inclusiones FRA de mayor tamaño que el C3P y C3 en la FRC.

En general, en las fotografías de microscopía (Figuras M1 a M18), se observa que:

- En la modificación de asfalto con 3 % de copolímero, la fase más abundante es la FRA y la fase menos abundante es la FRC.
- En la modificación de asfalto con 10 % de copolímero, la fase más abundante es la FRC y la fase menos abundante es la FRA. Hay cambios significativos en comparación con las mezclas a baja concentración.
- Colectivamente se nota que tanto al 3 % como al 10 % la distribución de la FRC es más uniforme y abundante (al 10% llega a ser la más abundante) conforme aumenta el grado de hidrogenación de los copolímeros.

## **6. CONCLUSIONES**

Las conclusiones que proceden de este trabajo son:

Las modificaciones de asfalto AC-20 con copolímeros provocan cambios en las propiedades térmicas y mecánicas de dicho asfalto.

Los cambios son más evidentes conforme aumenta la concentración del copolímero en la mezcla (mayor cambio a 10% que a 3%).

Entre los copolímeros precursores (no hidrogenados) existen diferencias cuando modifican asfalto; a la misma concentración presentan diferentes TA, PE y morfologías.

El asfalto modificado con copolímeros parcialmente hidrogenados produce materiales con propiedades mayor resistencia térmica y mecánica que el asfalto modificado con los correspondientes copolímeros no-hidrogenados (precursores).

Existen cambios de TA y PE conforme al cambio del grado de hidrogenación de un mismo copolímero, como lo demuestran los cambios observados cuando se utilizaron los copolímeros C1 y C2 y sus correspondientes hidrogenados.

Las tendencias en los parámetros cuando aumenta el grado de hidrogenación en los copolímeros son:

- TA más altas.
- PE más bajas.
- IP más altos.
- Mejores distribuciones del copolímero.
- Tamaños de la FRC más grandes.



## 7. REFERENCIAS

- 1 The American Society for Testing and Materials (1986).  
"STANDARD TERMINOLOGY RELATING TO MATERIALS FOR ROAD AND PAVEMENTS" (Norma ASTM D8-1986).
- 2 Apaez Herrera, Luis Alberto (2007).  
"ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO TERMO-MECÁNICO DE ASFALTOS MODELO MODIFICADOS CON UN POLÍMERO LINEAL DIBLOQUE DEL TIPO SB"  
(Tesis de Licenciatura, FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM).
- 3 "INGENIERÍA CIVIL/CURSO-ASFALTO: INTRODUCCIÓN"  
Consultado en <http://www.elprisma.com> \*20mayo, 2008.
- 4 Avila Torres, Sergio (2007).  
"EFECTO DE LA HIDROGENACIÓN DE COPOLÍMEROS DE ESTIRENO-BUTADIENO (SB Y SBS) SOBRE LA MORFOLOGÍA Y PROPIEDADES DE DESEMPEÑO DE ASFALTO AC-20 (SALAMANCA PEMEX) MODIFICADO"  
(Tesis de Licenciatura, FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM).
- 5 "EL ORIGEN DEL ASFALTO"  
Consultado en <http://www.e-asfalto.com> \*20mayo, 2008.
- 6 Torrejón, Julio (2003).  
"EL ASFALTO: UN MATERIAL CON MÚLTIPLES APLICACIONES" (ARTÍCULO DE: BIT REVISTA TÉCNICA DE LA CONSTRUCCIÓN).
- 7 Letofe J.M., King G., Planche J.P., Germaund I. (1993).  
"USING THERMOANALYTICAL METHODS TO CHARACTERIZE BITUMEN STRUCTURES".
- 8 Rodríguez Rivas, Eidi (2007).  
"ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TERMO-MECÁNICAS DE ASFALTOS MODELO, MODIFICADOS CON POLÍMERO SBR"  
(Tesis de Licenciatura, Facultad de Química, UNAM).
- 9 "POLÍMERO"  
Consultado en <http://es.wikipedia.org> \*27mayo,2008
- 10 Valencia Casado, Alonso (2007).  
"SÍNTESIS DE SB's Y SI's EN FORMA DE ESTRELLA VÍA POLIMERIZACIÓN ANIÓNICA"  
(Tesis de Licenciatura, Facultad de Química, UNAM).
- 11 Orduña Fonseca, Nidia Irania (2003).  
"MODIFICACIÓN DE ASFALTO CON COPOLÍMEROS MODELO"  
(Tesis de Licenciatura, Facultad de Química, UNAM).
- 12 Martínez Pardo, Isaac Rubens (2007).  
"EFECTO DE LA HIDROGENACIÓN CATALÍTICA HOMOGÉNEA DE COPOLÍMEROS MODELOS LINEALES Y EN FORMA DE ESTRELLA SOBRE SU MICROESTRUCTURA Y COMPORTAMIENTO TÉRMICO"  
(Tesis de Licenciatura, Facultad de Química, UNAM).

- <sup>3</sup> Vargas M., Chavez E., Herrera R., Manero, O. (2005).  
*"ASPHALT MODIFIED BY PARTIALLY HYDROGENATED SBS TRI-BLOCK COPOLYMERS"*  
Rubber Chemistry And Technology Vol.78-2005.
- <sup>14</sup> Hadjichristidis N., Pitsikalis M., Pispas S., Iatrou H. (2001).  
Diversos artículos. CHEM. REV. 2001.
- <sup>15</sup> Stevens, Malcom P.(1999).  
*"POLYMER CHEMISTRY, AN INTRODUCTION"*  
(Enciclopedia de polímeros, University of Hartford).
- <sup>16</sup> *"POLÍMEROS – ELASTÓMEROS"*  
Consultado en <http://www.pslc.ws> \*5junio,2008.
- <sup>17</sup> *"ASFALTOS MODIFICADOS CON POLÍMEROS SBS"*  
Consultado en <http://www.tdm.cl> \*28mayo,2008.
- <sup>18</sup> *"CAPÍTULO II ASFALTO MODIFICADO CON POLÍMERO"* Consultado en  
[http://catarina.udlap.mx/u\\_dl\\_a/tales/documentos/lic/maxil\\_c\\_r/capitulo2.pdf](http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/lic/maxil_c_r/capitulo2.pdf)  
f \*28mayo,2008.
- <sup>19</sup> Gonzaga Pérez, Miriam (2007).  
*"EFECTO DE LA RELACIÓN ASFALTENOS/MALTENOS SOBRE LAS PROPIEDADES DE ASFALTO MODIFICADO CON SBS"*  
(Tesis de Licenciatura, Facultad de Química, UNAM).
- <sup>20</sup> The American Society for Testing and Materials (1986).  
*"STANDARD TEST METHOD FOR SOFTENING POINT OF BITUMEN (RING AND BALL APPARATUS)"* (Norma ASTM D36-1986).
- <sup>21</sup> The American Society for Testing and Materials (1986).  
*"STANDARD TEST METHOD FOR PENETRATION OF BITUMINOUS MATERIALS"* (Norma ASTM D5-1986).
- <sup>22</sup> Rost, F. W. D. 1992. *"FLUORESCENTE MICROSCOPY"*  
Volume I. Cambridge University Press.
- <sup>23</sup> Aida Viridiana Vargas Zavala (2003).  
*"ESTUDIO DE LA MODIFICACIÓN DE ASFALTO CON MEZCLAS DE COPOLÍMEROS DE ESTIRENO – BUTADIENO"*  
(Tesis de Licenciatura, Facultad de Química, UNAM).
- <sup>24</sup> Kirk Othmer, The asphalt.  
*"ENCYCLOPEDIA OF CHEMICAL TECHNOLOGY"*  
A Wiley- Interscience Publication fourth edition, vol.3.
- <sup>25</sup> Pfeiffer Johan Philip (1950).  
*"THE PROPERTIES OF ASPHALTICS BITUMEN"*  
Elsevier Publishing Company, New York.

## 8. ANEXOS

	PÁG
A1 NOMENCLATURA ASTM DE MATERIALES BITUMINOSOS <sup>1</sup>	I
A2 NORMA ASTM DE TA <sup>20</sup>	V
A3 NORMAS ASTM DE PE <sup>21</sup>	IX

## 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.

**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.

## 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.

**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.*





## 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.

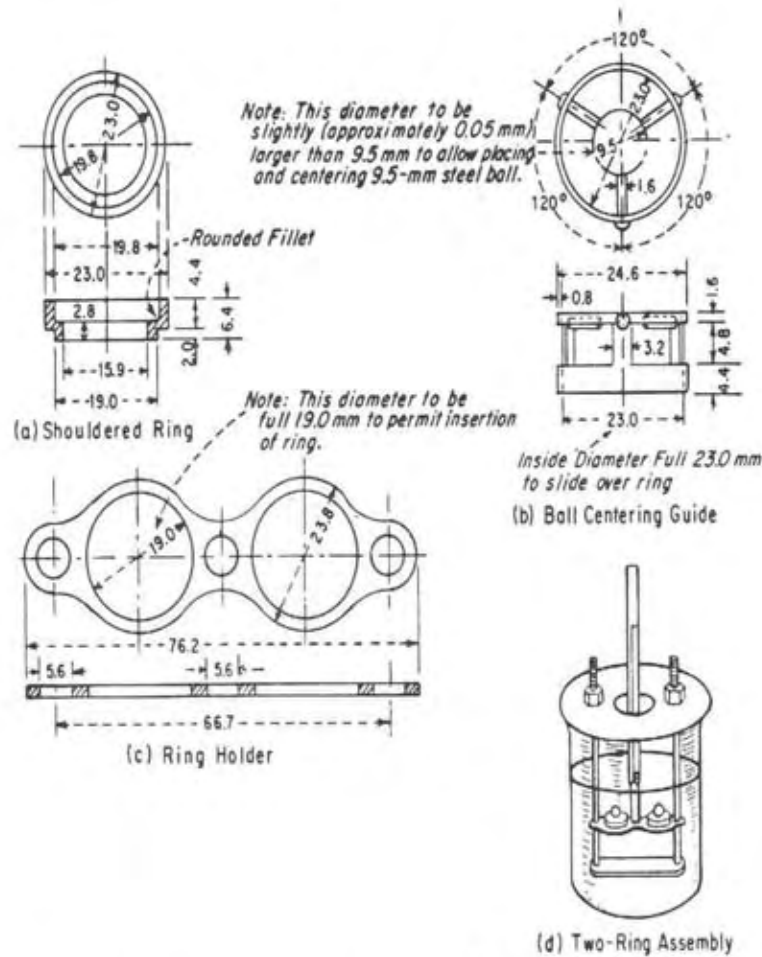
<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vols 04.01, 04.02, 04.04, and 04.08.

<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.





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 D92.

#### 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 D92. 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.

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.

## 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 reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

*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  $8.7^\circ$  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

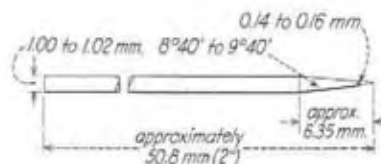


FIG. 1 Needle for Penetration Test

<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.

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  $25^\circ\text{C}$  ( $77^\circ\text{F}$ ), 200 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.

## DEDICATORIAS Y AGRADECIMIENTOS ESPECIALES

A ti **Dios**, quien eres mi Padre Eterno, eres tú quien no me ha dejado nunca y gracias a ti tengo paz, sensatez y buena fortuna.  
Que sin tu protección y compañía no hubiera podido entablar sanas relaciones con los que me rodean.

A ti **mami Feli**, mamá insuperable y noble, te agradezco por tu compañía, por tu voz dulce y firme, por tu alegría que siempre me animan durante mi camino nómada y en mis momentos de absoluta soledad; algunos en los cuales ya no me quedaban más que las ganas de llorar y de no seguir.  
Eres mi ejemplo de vivir, no he visto ni encontrado (y no lo digo porque seas mi mamá) a una persona capaz de sentir tanto afecto hacia la vida como el que tú le tienes. Tienes en ti más de lo que incluso tú puedes ver; te doy gracias por dejarme mirar un poco de ti ya que con solo eso me regresaste a la vida que una vez me diste.  
Me aconsejas mucho sin pedir nada a cambio o tal vez lo único que me pides es que termine bien las cosas que empiezo.  
Finalmente te quiero decir que eres una gran parte de mi todo, estoy feliz de ser tu hijo, gracias por la educación y mi deuda contigo no se acabará nunca pero no reniego de eso, sino que al contrario, es un honor que seas mi madre y deberte mi vida. ¡Te amo mamá!

A mi **padre** que, si bien no se quién es y no porque no lo conozca sino porque nos tocó a cada uno destinos paralelos. A él le agradezco al igual que a mi madre la fortuna de vivir. Ojalá que en otro tiempo ahora sí podamos estar juntos. Te amo padre.

A **mi mente**, a **mi corazón** y a todas las partes de **mi cuerpo** por ayudarme siempre, sin ustedes no podría ser quien soy.

A mis todos mis herman@s:

**Gude**. Más allá de ser mi primer sustento eres diariamente una súper persona que comparte sus grandes ideas de mejorar y existir.

**Celi**. Siempre tan jovial y tan alegre, con eso me ayudas entre muchas cosas a tener una visión más clara de lo que es la edad.

**Marce**. Me has enseñado que mi vida solo es una y hay que sentirla intensamente sin desperdiciar el tiempo en cosas vanales.

**Cata**. Me has ayudado, desde que era niño, a discernir la maldad de la bondad y sus diferentes máscaras de cada una.

**Martín**. Debido a que eres una persona íntegra, honrada, severa y disciplinada he entendido tu mensaje: En la vida todo cuesta.

**Chalo**. Por la capacidad enorme de ser valiente, de exigir la aventura y entender el dolor, mucho es lo que representas para mí.

A mis **familiares**:

Roxana eres otra hermana para mí, increíblemente fantástica. Junior "Tin" eres mi gran y noble compañero. Que sin ustedes, mis sobrinos más grandes, ni los gestos más amables tendrían razón de ser.

Isamar e Irving, desde muy joven me han hecho su padre. A veces su esperanza es lo único que me mantiene en el camino. Con mi ejemplo espero poder serles de gran utilidad.  
Su esperanza es correspondida y así mismo creo en ustedes.

Carina simplemente de lo mejor, lo fresa lo aprendí de ti ja ja.

Suzzet, Amaranta, Bianca, Ayesha, Miriam, Marco, Rebeca y Alejandro ("Tyson"), mis sobrinos más pequeños y que con su ausencia física están más presentes que nunca en mi corazón.

A mis cuñad@s: Bety, M., Adolfo, B., G., C. et al.  
Que son los autores anónimos de los deseos más sanos de mis herman@s y que bajo su comunión con ellos, logran hacerles y hacerme la vida más soportable.

#### **Agradecimiento super especial:**

A mis amig@s que conozco desde Secu y Prepa;  
Estefanía, Jorge, Fabián, Paola, Gabriela, Omar y Jorge Enrique, en verdad los años pasan y no se ve ni se verá fin a nuestra amistad.  
Son de ustedes mis más grandes valores y de ustedes nació en mí el amor por la amistad.

#### **A todos mis amig@s:**

De la(s) **Facultad(es)**... Bueno de aquí conozco a más o menos cuatrocientas personas por lo que no puedo nombrarlas a todas sin que me tenga que faltar espacio... Pero aún así mi saludo es general y cálido para ustedes. ¡¡Gracias por enseñarme a ser universitario!! ¡¡Goooya, Goooya...!!

*Diana Núñez García.*

¡Gracias por ser quien eres! Me sorprendes cada día con tus ocurrencias y más aún con tus buenas acciones. ¡¡Hoy quiero decirte que eres mi mejor amiga!!

*Daniuska.*

Te agradezco por enseñarme la forma en que se debe luchar contra los malos momentos y de ser optimista en momentos críticos.  
¡Gracias por ser una de mis mejores amigas!

*Sandra.*

Aún sin saber quien era yo, me hiciste pensar y creer en mí sin esperar nada a cambio. Gracias porque ¡siempre me has demostrado que eres como una hermana para mí y yo también siento lo mismo!

#### **A todos mis profesores:**

En general a todos mis profesores. Por fin estoy más cerca de ser su colega. Ustedes me han formado cuantiosamente más allá de la formación académica, les agradezco que me hayan hecho seguir con mis sueños de entender el mundo.



Con agradecimientos especiales a:

Juana Polo, Silvia Ornelas, Beatriz Rojas, José Mucio, Elina López, Lena Ruiz, Rafael Herrera, Rodolfo Ruiz, Adela Castillejos, Gumaro Viacobo, Ma. Pilar Cañizares, Aurora de los Angeles, Guadalupe Costilla, Jorge Durán, Mirna Estrada, J. Gpe. Pérez y Robert Johnson.

También **dedico** mi tesis a la gente:

**Amistosa:** Osvaldo, Sergio, Esteban, Karlas, Lupes, Angies, Almas, Dianas, Danieles, Memo y más... ¡Los quiero mucho!

De los **videojuegos**... A todos esos cab... ¡Gracias por hacerme uno de ustedes! Un increíble y cordial saludo...

¡Gracias más que por cambiarme de nombre me cambiaron la vida!

De **AA**... Son muchos, entre ellos Viki, Mary, mi super padrino...

En fin, a todos los llevo en mi corazón gracias por comprenderme.

**Compañeros de trabajo**... Raquel, Barragán, Fernanda, Silvia, Mary, Chayo... y especialmente a Paola.

De las 4 secciones de la **colonia Arenal**... Lupita y sus papas, Joba, Alison F., Marco, Jessica, Agustín, "Saúl", Román, Irma, Luis Miguel, Carlos, Miguel, Mary y más...

Y especialmente a Olga, Jazmín, Joel, Mario, Caty, Mica y Xochitl.

De las colonias... **López Mateos, Caracol y otras colonias**, en fin a todos ellos también ¡gracias!

Que me quitó o quita el estrés... George, Juan, Luigui, Fernando, Angel, Paco, Rafa, Rich, Joel, Iván y más.

Y especialmente a Noé y Toño.

Del **laboratorio**... Isaac, Hugo, Paola, Alejandra, Luis, Eidi, Alonso, Graciela, Carlos, Itzel, Erika, Margarita y su mami, y muchos otros.

Que se han quedado o **adelantado** en el camino... Angeles, Oswaldo... donde quiera que estén su recuerdo sigue vivo...

Del **servicio médico**... Psicóloga Guzmán, Dra. Aviles, Dr. Ruiz, Dra. Idalina y los demás que apoyaron en mis momentos muy desafortunados.

Y **alumnos** de... La 4ª sección del Arenal (CONALEP AEROPUERTO), Jardines de Morelos y La Caracol.

En fin a todos ellos y aún otros más que me han enseñado mucho, les dedico mi tesis porque:

En esta vida pasajera me gusta, que ustedes sean mis guías para recorrer los sentimientos, las virtudes y la maravillosa amistad. ¡GRACIAS!

NOTA: Disculpen si no pongo a todos, el espacio se me terminó, pero lo que no se me terminó son ¡¡mis ganas de continuar la amistad y de quererlos mucho!!