



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**ESTUDIO DE PROPIEDADES TERMOMECAICAS DE MEZCLAS ASFALTO-
HULE DE LLANTA**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERA QUÍMICA**

PRESENTA

ALEJANDRA COATL LORENZO



MÉXICO, D.F.

2013



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

PRESIDENTE: **Profesor: Rafael Herrera Nájera**

VOCAL: **Profesor: Armando Marín Becerra**

SECRETARIO: **Profesor: Rodolfo Ruíz Trejo**

1er. SUPLENTE: **Profesor: Ángel Enrique Chávez Castellanos**

2° SUPLENTE: **Profesor: Marcos Flores Álamo**

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

FACULTAD DE QUÍMICA

CONJUNTO E, LABORATORIO 213

ASESOR DEL TEMA:

Ing. Rodolfo Ruiz Trejo

Firma

SUSTENTANTE:

Alejandra Coatl Lorenzo

Firma

INDICE

RESUMEN

Lista de Figuras, Tablas y Gráficas.

Capítulo 1 Presentación.....	1
1.1 Objetivo.....	2
Capítulo 2 Marco Teórico.....	3
2.1 Asfalto.....	3
2.2 Asfalto en carpetas de rodamiento.....	8
2.3 Polímero.....	11
2.4 Asfalto Modificado.....	15
2.5 Hule molido de llantas (rubber crumb).....	16
2.6 Segregación del asfalto.....	25
2.7 Técnicas de caracterización.....	26
2.8 Índice de penetración.....	28
Capítulo 3 Parte experimental.....	31
3.1 Materiales.....	31
3.2 Técnica de Modificación de Asfalto.....	32
3.3 Prueba de segregación.....	35
3.4 Determinación de Penetración.....	36
3.5 Determinación de la Temperatura de ablandamiento.....	37
3.6 Microscopía de Fluorescencia.....	37
Capítulo 4 Resultados y Discusión.....	38
4.1 Microscopía de Fluorescencia.....	38
4.1.1 A-SB.....	38
4.1.2 A-HL.....	39
4.1.3 A-HL-SB.....	41
4.2. Temperatura de Ablandamiento.....	43
4.2.1 A-SB.....	43
4.2.2 A-HL.....	45
4.2.3 A-HL-SB.....	46
4.3 Prueba de Penetración.....	49

4.3.1 A-SB.....	49
4.3.2 A-HL.....	50
4.3.3 A-HL-SB.....	51
4.4 Prueba de segregación.....	52
4.4.1. Temperatura de ablandamiento.....	52
4.4.1.1 A-SB.....	52
4.4.1.2 A-HL.....	53
4.4.1.3 A-HL-SB.....	55
4.5 Índice de Penetración.....	59
4.5.1 A-SB.....	59
4.5.2 A-HL.....	61
4.5.3 A-HL-SB.....	62
Capítulo 5 Conclusiones.....	66
Bibliografía.....	68
Anexo I. Microscopia de fluorescencia.....	71
Anexo II. Graficas individuales.....	74
Anexo III. Precios de materias primas.....	80
Anexos II Hoja Técnica del Polímero Solprene® 1205.....	81
Anexo III Normas ASTM.	82

RESUMEN

El asfalto posee características viscoelásticas interesantes para su aplicación como “binder” (cementante), en carpetas asfálticas, pero es sensible a las temperaturas climáticas extremas ya que es quebradizo a bajas temperaturas ($<10^{\circ}\text{C}$) y fluye a temperaturas altas ($>50^{\circ}\text{C}$). Por esta razón, el asfalto debe ser modificado a fin de mejorar su resistencia y lograr mayor estabilidad a condiciones extremas de temperatura. Por otra parte, existe una necesidad creciente de reciclar el hule de llanta, a fin de eliminar los problemas ambientales derivados de la acumulación de llantas usadas.

En el presente trabajo se estudió el comportamiento de propiedades termomecánicas que presentan mezclas de asfalto con hule de llanta, y mezclas asfalto-hule de llanta-polímero; se empleó asfalto AC20 de Salamanca, Gto., hule de llanta triturada (crumb rubber) y el polímero comercial (Solprene-1205)

La obtención de los materiales compuestos se llevó a cabo por el método de mezclado en caliente, a una temperatura de 180°C , velocidad de agitación de 500 RPM, y tiempo de mezclado de 4 h.

Los asfaltos modificados fueron caracterizados por los siguientes métodos: prueba de penetración (ASTM D5) y determinación de temperatura de ablandamiento (ASTM D36). Además, estos asfaltos modificados se sometieron a una prueba de estabilidad bajo condiciones de almacenamiento para estudiar la posible segregación del material, la cual se manifiesta por separación de fases.

Los resultados muestran que el asfalto modificado con hule de llanta, y las mezclas de hule de llanta-polímero S-1205 manifiestan una mayor temperatura de ablandamiento y una disminución en la penetración en relación al asfalto original. Lo cual significa que estas mezclas presentan mejores propiedades para su aplicación en carpetas de rodamiento con respecto al asfalto base empleado, AC20.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Separación del asfalto en varias fracciones.....	5
Figura 2. Estructura típica de asfaltenos (ejemplo de crudo Iraní).....	6
Figura 3. Estructura típica de una resina.....	7
Figura 4. Estructura típica de aromáticos no polares.....	7
Figura 5. Estructura típica de saturados.....	8
Figura 6. Ejemplo de un bache en una carpeta asfáltica.....	9
Figura 7. Ejemplo del ahuellamiento en una carpeta asfáltica.....	9
Figura 8. Ejemplo del agrietamiento en una carpeta asfáltica.....	10
Figura 9. Tipos de copolímeros.....	12
Figura 10. Copolímero Estireno-Butadieno.....	14
Figura 11. Vulcanización del poliisopreno.....	18
Figura 12. Vista de depósito de neumáticos en New York (1992).....	21
Figura 13. Quema de llantas.....	22
Figura 14. Hule de llanta, rubber crumb.....	22
Figura 15. Prueba de penetración.....	26
Figura 16. Aguja para prueba de penetración.....	27
Figura 17. Charolas de aluminio para prueba de penetración.....	27
Figura 18. Rack para determinación de temperatura de ablandamiento (TA).....	28
Figura 19. Equipo para la modificación de asfaltos.....	33

Figura 20. Tubos para prueba de segregación.....	36
Figura 21. Imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla A-SB5 (20x).....	38
Figura 22. Imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla A-SB10.....	39
Figura 23. Imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-hule de llanta 2% m/m (20x).....	40
Figura 24. Imágenes de microscopía de fluorescencia (a) mezcla Asfalto-hule de llanta 10% m/m (20x) y (b) mezcla Asfalto-hule de llanta 15% m/m (10x).....	40
Figura 25. Imagen de la mezcla de asfalto-hule 2% m/m-polímero 2% m/m.....	41
Figura 26. Imagen de la mezcla de asfalto-hule 10% m/m-polímero 10% m/m....	42
Figura 27. Imagen de la mezcla de asfalto-hule 15% m/m-polímero 2% m/m.....	42
Figura 28. Imagen de la mezcla de asfalto-hule 15% m/m-polímero 10% m/m.	43

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición química genérica del asfalto.....	4
Tabla 2. Pesos moleculares, fracciones SARA.....	6
Tabla 3. Composición de los neumáticos de pasajeros (automóviles y camionetas).....	19
Tabla 4. Composición de los neumáticos de MCT (camiones y microbuses).....	19
Tabla 5. Composición química de los neumáticos.....	20
Tabla 6. Clasificación de los cementos asfálticos en función del IP.....	30
Tabla 7. Distribución del tamaño de partícula del hule de llanta.....	31

Tabla 8. Balance de materia para la preparación de mezclas.....	34
Tabla 9. Temperatura de Ablandamiento (TA) de asfalto solo (AC 20) y asfalto modificado con polímero (SB).....	44
Tabla 10. Temperatura de Ablandamiento (TA) de asfalto solo (AC 20) y asfalto modificado con hule de llanta	45
Tabla 11. Temperatura de Ablandamiento (TA) de mezclas asfalto-hule de llanta-polímero.....	47
Tabla 12. Penetración en mezclas asfalto- polímero Solprene 1205.....	49
Tabla 13. Penetración en mezclas asfalto-hule de llanta.....	50
Tabla 14. Penetración en mezclas asfalto-hule de llanta-polímero.....	51
Tabla 15. Prueba de segregación, mezclas asfalto-polímero Solprene 1205.....	53
Tabla 16. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta.....	54
Tabla 17. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 2% m/m con polímero Solprene 1205.....	55
Tabla 18. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 10% m/m con polímero Solprene 1205.....	57
Tabla 19. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 15% m/m con polímero Solprene 1205.....	58
Tabla 20. Índice de penetración de mezclas asfalto-polímero Solprene 1205.....	59
Tabla 21. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta.....	61
Tabla 22. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 2% m/m-polímero Solprene 1205.....	62
Tabla 23. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 10% m/m-polímero Solprene 1205.....	63

Tabla 24. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 15% m/m-polímero Solprene 1205.....	65
---	----

LISTA DE GRAFICAS

Gráfica 1. Temperatura de ablandamiento en mezclas asfalto-polímero.....	44
Gráfica 2. Temperatura de Ablandamiento vs % m/m Hule de llanta.....	46
Gráfica 3. Temperatura de Ablandamiento de Mezclas asfalto/hule modificadas con polímero.....	48
Gráfica 4. Penetración (dmm) vs composición de asfalto modificado con polímero.....	49
Gráfica 5. Penetración (dmm) vs. Composición de asfalto modificado con hule de llanta.....	50
Gráfica 6. Penetración de Mezclas Asfalto-Hule-Polímero S1205, dmm.....	52
Gráfica 7. Prueba de segregación, mezclas asfalto-polímero Solprene 1205.....	53
Gráfica 8. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta.....	54
Gráfica 9. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 2% m/m con polímero Solprene 1205.....	56
Gráfica 10. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 10% m/m con polímero Solprene 1205.....	57
Gráfica 11. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 15% m/m con polímero Solprene 1205.....	58
Gráfica 12. Índice de penetración de mezclas asfalto-polímero Solprene 1205...	60
Gráfica 13. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta.....	61

Gráfica 14. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 2% m/m-polímero Solprene 1205.....	63
Gráfica 15. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 10% m/m-polímero Solprene 1205.....	64
Gráfica 16. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 15% m/m-polímero Solprene 1205.....	65

CAPITULO 1

PRESENTACIÓN

El motivo de los estudios que se han realizado en torno a la modificación de asfalto para su aplicación en carpetas de rodamiento vehicular, responde a la necesidad de describir el comportamiento termomecánico que se presenta al emplear asfaltos para formular mezclas con materiales modificadores, particularmente polímeros, en la búsqueda de materiales compuestos con menor fragilidad a bajas temperaturas y mayor resistencia al flujo a temperaturas altas, en beneficio del desarrollo de mezclas asfálticas idóneas para aplicarse en diferentes regiones geográficas, ya que las propiedades del asfalto se modifican con la temperatura..

Por otra parte, existe en el mundo un problema muy grande con la generación de llantas usadas. Varias soluciones han sido propuestas, entre ellas la reconversión energética, que significa recuperar la energía almacenada en las llantas mediante su combustión en hornos diseñados para lograr la combustión completa, minimizando la producción del monóxido de carbono y recuperando de los gases las partículas suspendidas y los óxidos de azufre, pero este tipo de hornos son de alto costo. Otras aplicaciones ingeniosas de las llantas usadas no son suficientes para absorber la producción de llantas usadas, siendo cara su recolección y reprocesamiento. Esto genera tiraderos clandestinos donde pueden acumularse cientos de miles de llantas usadas, que en caso de incendio son altamente contaminantes del ambiente. Un problema adicional, igualmente grave, es la reproducción de fauna nociva en estos tiraderos en forma principalmente de ratas, además de que las llantas poseen la capacidad de almacenar agua en temporada de lluvias y se convierten en foco de reproducción de mosquitos portadores de varias enfermedades infecciosas. En algunos países se ha empleado el hule de llanta triturado en la modificación de asfaltos, sin embargo, no parecen existir estudios de estos sistemas compuestos hule de llanta-asfalto con materiales regionales, en particular con los asfaltos de producción nacional.

1.1 OBJETIVO

Estudiar las propiedades termo-mecánicas de sistemas asfalto-hule de llanta, y mezclas asfalto-hule de llanta-polímero. Preparadas por el método de mezclado en caliente, para su uso como adherente en la aplicación de carpetas de rodamiento vehicular

Objetivos particulares

- Evaluar el efecto de la concentración del hule de llanta (2, 10 y 15 %m/m) en la prueba de penetración y la temperatura de ablandamiento
- Evaluar el efecto de SBR/hule de llanta (1,2, 5 y 10% m/m de polímero) en la prueba de penetración y la temperatura de ablandamiento.

CAPITULO 2 MARCO TEÓRICO

2.1 Asfalto

Es un material aglomerante, resistente, muy adhesivo, altamente impermeable y duradero, capaz de resistir altos esfuerzos instantáneos y fluir bajo la acción de calor o cargas permanentes.

2.1.1 Definición

El asfalto es definido por la American Society for Testing and Material (ASTM) como un material aglomerante sólido o semisólido de color que varía de negro a pardo oscuro y que se licúa gradualmente al calentarse, cuyos constituyentes son betunes que se dan en la naturaleza en forma sólida o semisólida o se obtienen de la destilación del petróleo; o combinaciones de éstos entre sí, o con el petróleo, o productos derivados de estas combinaciones. (1)

2.1.2 Propiedades

El asfalto es un material de particular interés para el ingeniero porque es un aglomerante resistente, muy adhesivo, altamente impermeable y duradero. Es una sustancia viscoelástica que da flexibilidad controlable a las mezclas de áridos (agregado pétreo) con los que se combina usualmente para su empleo en la aplicación de carpetas de rodamiento. Además es altamente resistente a la mayor parte de los ácidos, álcalis y sales. A temperaturas relativamente altas (>50°C) tiende a fluir, y a temperaturas bajas (<10°C) tiende a resquebrajarse, temperaturas que se presentan debido a cambios estacionales en el clima.

2.1.3 Tipos

1.- Asfalto Natural (Nativo)

Asfalto que se da en la naturaleza y que se ha producido a partir del petróleo por un proceso natural de evaporación de las fracciones volátiles dejando las asfálticas. Los yacimientos mundiales más importantes de asfaltos nativos se

encuentran en los lagos de Trinidad y Bermúdez. El asfalto procedente de estos puntos se llama frecuentemente asfalto de lago. (2)

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.

Son los más utilizados porque son subproductos en procesos de separación del crudo (separación de gasolinas, kerosenos, etc. de otros componentes más pesados). Al mismo tiempo estos asfaltos obtenidos del crudo tienen mayor uniformidad y pureza en su composición. (3)

2.1.4 Composición

El asfalto tiene un peso molecular promedio de 600 a 1500 g/mol. La composición química genérica del asfalto es la siguiente: (4,5)

Tabla 1. Composición química genérica del asfalto

Carbono	80-85%
Hidrógeno	10%
Oxígeno	2-8%
Azufre	1-7%

Adicionalmente contiene nitrógeno y trazas de metales pesados.

Fraccionamiento del Asfalto.

El asfalto es una mezcla compleja de moléculas orgánicas que varía en su composición química y peso molecular. Es difícil determinar de manera precisa la composición del asfalto, debido a que es extraído del petróleo crudo, el cual presenta una gran variabilidad en su composición de acuerdo a su origen, otro factor importante del cual depende la composición del asfalto es el proceso de

obtención. A pesar de su complejidad se estableció un método para separarlo en cuatro grandes grupos, denominados: Saturados, Asfaltenos, Resinas, y Aromáticos, este método se denomina método SARA, este acrónimo evidentemente retoma la letra inicial de cada corte.

El método SARA, norma ASTM D-4124 (6), consiste en la separación del asfalto en asfaltenos y maltenos por precipitación de los primeros con n-heptano, la norma ASTM establece el uso de este solvente, no obstante, otros solventes como el n-hexano o n-pentano suelen emplearse. Posteriormente, los maltenos, que es la parte soluble del asfalto, se fraccionan a través de una columna de alúmina (o sílica gel) con solventes de polaridad creciente.

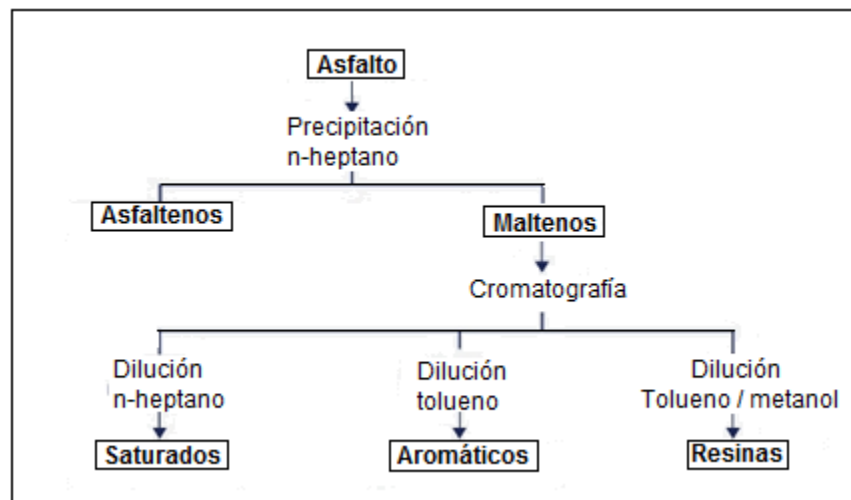


Figura 1. Separación del asfalto en varias fracciones. (7)

Los maltenos son sustancias solubles en n-heptano los cuales están constituidos por: resinas, aromáticos y saturados

Los asfaltenos son sólidos amorfos, de color negro o café. Estos son polares, son materiales de alto peso molecular entre 800 a 3500 g/mol (8). Dentro de un medio tienen la tendencia de asociarse para formar micelas con peso molecular entre 20 000 y 1 000 000. Los asfaltenos normalmente constituyen entre el 5% al 25% del asfalto. Un incremento de asfaltenos produce endurecimiento, aumento en la viscosidad, y disminución de la susceptibilidad. (9)

Tabla 2. Pesos moleculares, fracciones de SARA (8)

	M (g/mol)
Asfalto	600-1500
Saturados	470-880
Aromáticos	570-980
Resinas	780-1400
Asfaltenos	800-3500

Los asfaltenos no son solubles en maltenos pero se mantienen suspendidos debido a las resinas. Están constituidos en su mayoría por átomos de carbono e hidrógeno; además de pequeñas cantidades de azufre, nitrógeno y oxígeno (3)

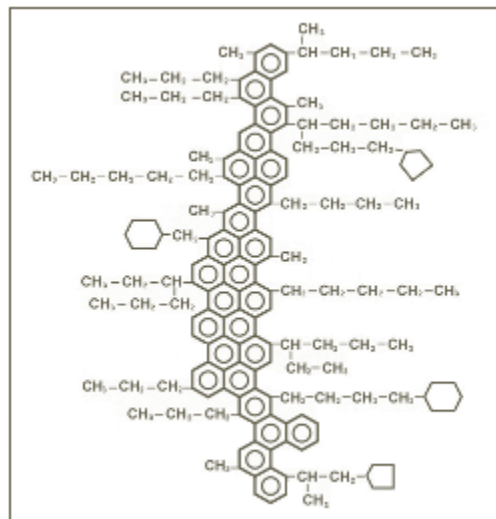


Figura 2. Estructura típica de asfaltenos (ejemplo de crudo iraní). (7)

Las resinas son sólidos o semisólidos de color café oscuro, moléculas de alta polaridad que constituyen entre el 5% y 30% del cemento asfáltico. La alta polaridad hace a las Resinas muy adhesivas. Sus moléculas tienen un peso molecular entre 780 a 1400 g/mol (8). Actúan como un agente peptizante para los asfaltenos, disminuyendo el tamaño de las micelas y por lo tanto incrementando la fluidez del cemento asfáltico. (9)

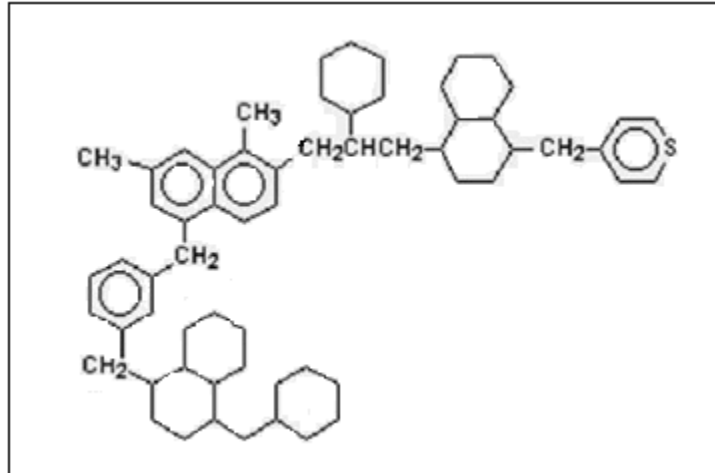


Figura 2. Estructura típica de una resina. (7)

Los aromáticos tienen el peso molecular más bajo, entre 570 a 980 g/mol (8), constituyen entre el 40% y el 65%. Tienen una polaridad muy baja y forman un líquido viscoso café oscuro que actúa como medio de dispersión para los asfaltenos. (9)

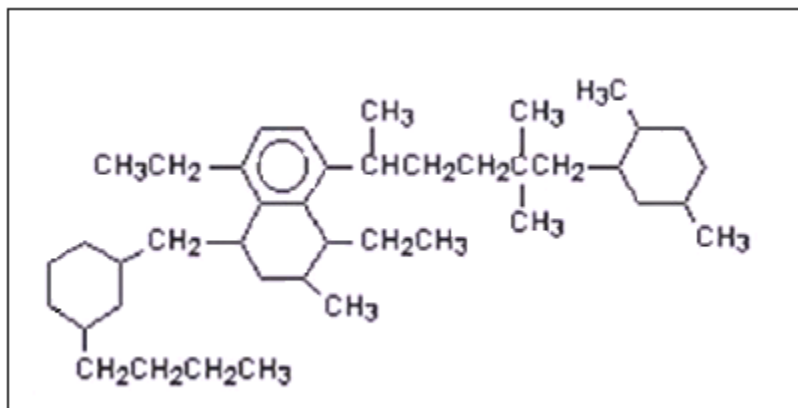


Figura 3. Estructura típica de aromáticos no polares. (7)

Los saturados son moléculas de hidrocarburos alifáticos en ramas-cadenas rectas. Estos tienen un peso molecular entre 470 a 880 g/mol (8), constituyen entre el 5% al 20% del cemento asfáltico. (9)

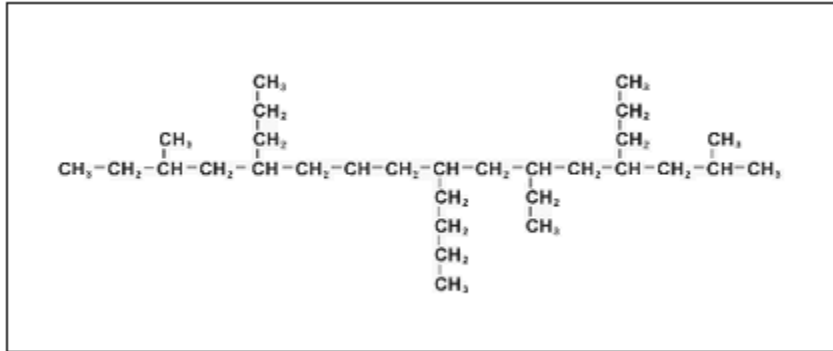


Figura 4. Estructura típica de Saturados (7)

Modelo micelar de Nellensteyn

En el modelo micelar, se supone que el asfalto está formado por grandes moléculas de asfaltenos rodeadas por aromáticos polares y no polares, suspendidas en aceites saturados, todos los constituyentes integrando una solución coloidal.

Los saturados y aromáticos polares, son los responsables del comportamiento viscoelástico del asfalto a temperatura ambiente. (10)

Modelo continuo

En el modelo continuo esencialmente se consideran dos fases del asfalto: la fase polar y la fase no polar. Los componentes del asfalto en este modelo tienen la habilidad de coexistir sin transformación de fase en el tiempo y sus características están influenciadas por la aromaticidad.

Los grupos polares varían de acuerdo al número de grupos, al peso molecular de los grupos y al grado de aromaticidad (número de anillos del benceno). (7)

2.2 Asfalto en carpetas de rodamiento. Agentes modificadores

2.2.1 Fallas típicas pavimentos asfálticos

2.2.1.1 Desprendimientos y baches

Problemas de afinidad asfalto agregado, originan este tipo de patologías



Figura 5. Ejemplo de un bache en una carpeta asfáltica (11)

2.2.1.2 Ahuellamiento o roderas.

Son deformaciones longitudinales que se presentan en la superficie de rodamiento, en la zona de mayor incidencia de las ruedas de los vehículos.

Debido a que el ligante se comporta como un líquido viscoso a temperaturas elevadas y tiende a fluir.



Figura 6. Ejemplo del ahuellamiento en una carpeta asfáltica (12)

2.2.1.3 Agrietamientos

El asfalto a bajas temperaturas adquiere un comportamiento frágil, facilitando la aparición de fisuras.



Figura 7. Ejemplo del agrietamiento en una carpeta asfáltica. (13)

Como respuesta a la necesidad de incrementar la competencia de los pavimentos, y tratando de minimizar los factores que inciden en la falla del material aglutinante, es necesario mejorar las características del cemento asfáltico mediante el uso racional de modificadores. Este procedimiento representa un cambio en la filosofía tradicional de diseñar mezclas asfálticas que se ajusten al ligante, ya que por el contrario se diseña un cemento asfáltico para que satisfaga una necesidad y que representa una solución a un problema específico. Esta modificación podrá incluir mejoras en una disminución en la susceptibilidad térmica del ligante por la incorporación de grupos polares más estables, los cuales lo protegen de la oxidación y mejoran el comportamiento de la mezcla asfáltica ante la acción del agua. (9)

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

Antes de utilizar polímeros para modificar el asfalto, en las primeras modificaciones se utilizaban diversos materiales para lograr los efectos deseados en el asfalto, se utilizaban materiales tan diversos como asbestos, fillers especiales, fibras vegetales, minerales y cauchos. (4)

Algunos modificadores poliméricos son:

- Homopolímeros: tienen una sola unidad estructural (monómero)
- Copolímeros: tienen varias unidades estructurales distintas (EVA, SBS)
- Elastómeros: son aquellos polímeros amorfos que muestran un comportamiento elástico con una gran capacidad de deformación. los elastómeros pueden alargarse de un 5% a un 700%, dependiendo del material y recuperan su forma original sin deformación permanente al cesar la tensión aplicada.

Una gran cantidad de polímeros se han experimentado obteniendo diversos resultados, pero los polímeros que han demostrado ser los mejores para modificación de asfaltos son los denominados SB “Styrene Butadiene” por sus siglas en inglés, estos copolímeros dibloque se pueden obtener mediante una operación secuencial de polimerización del estireno y del butadieno. (3, 4,5)

2.3 Polímeros

La palabra “polímero” significa “que tiene muchas partes” (del griego *poly* y *meros*) (14). 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).

2.3.1 Clasificación.

Tipos de polímeros (composición)

- Los homopolimeros tienen una sola unidad estructural (monómero A), es decir, en este tipo de polímero todas sus moléculas corresponden a un mismo y único monómero.
- Los copolímeros Son polímeros constituidos por más de un tipo de unidad repetitiva.

Existen distintos tipos de copolímeros. (14) Tomando como base su distribución en la cadena polimérica, tenemos.

- Copolímero en bloque, un segmento largo formado por un monómero es seguido de un segmento hecho con el otro monómero.
- Copolímero aleatorio, o al azar, monómeros diferentes están entrelazados en un orden no determinado.
- Copolímero de inserción, o injertado, consiste en cadenas largas de un monómero con cadenas más cortas del otro monómero unidas como grupos laterales
- Copolímero alternante, en el cual se alternan los monómeros.

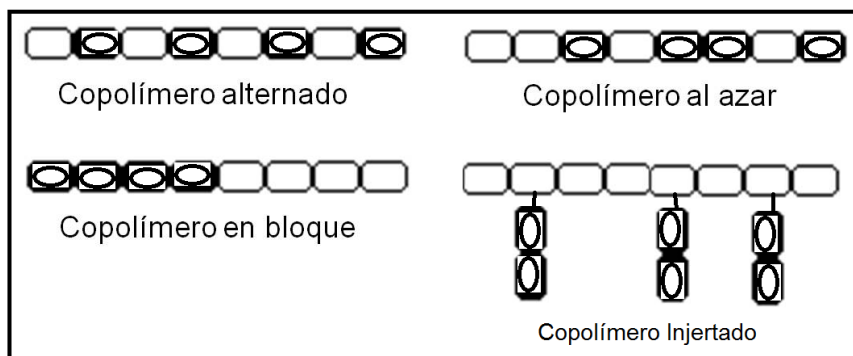


Figura 8. Tipos de copolímeros. (14)

Según sus aplicaciones (3), atendiendo a sus propiedades y usos finales, los polímeros pueden clasificarse en:

- **Elastómeros.** Son polímeros que cuentan con la particularidad de ser elásticos 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.
- **Plásticos.** Son aquellos polímeros que, ante un esfuerzo suficientemente intenso se deforman irreversiblemente, no pudiendo volver a su forma original. Hay que resaltar que el término plástico se aplica a veces incorrectamente para referirse a la totalidad de los polímeros.
- **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

- Recubrimientos. Son sustancias, normalmente líquidas, que se adhieren a la superficie de otros materiales para otorgarles alguna propiedad, por ejemplo resistencia a la abrasión.
- Adhesivos. son sustancias que combinan una alta adhesión y una alta cohesión, lo que les permite unir dos o más cuerpos por contacto superficial.

Según su comportamiento al elevar su temperatura. (15)

- Termoplásticos. Fluyen al calentarlos y se vuelven a endurecer al enfriarlos. Su estructura molecular presenta pocos (o ningún) entrecruzamientos
- Termoestables. No fluyen, y lo único que conseguimos al calentarlos es que se descompongan químicamente, en vez de fluir. Este comportamiento se debe a una estructura con muchos entrecruzamientos, que impiden los desplazamientos relativos de las moléculas.

Según su mecanismo de polimerización.

En 1929 W. H. Carothers sugirió una clasificación de los polímeros en dos grupos, polímeros de condensación y de adición. (16)

- Polímeros de condensación. Son aquellos en los que la fórmula molecular de la unidad repetitiva de la cadena de polímero carece de átomos presentes en el monómero del que está formado (o al que puede ser reducido).
- Polímeros de adición. Son aquellos en los que esta pérdida de una pequeña molécula no tiene lugar.

Clasificación de Flory:

- Polímeros formados por reacción en cadena. Se requiere un iniciador para comenzar la polimerización.
- Polímeros formados por reacción en etapas. El proceso molecular del polímero crece a lo largo del tiempo de manera lenta, por etapas. Ello es debido a que el monómero desaparece rápidamente, pero no da

inmediatamente un polímero de peso molecular elevado, sino una distribución entre dímeros, trímeros, y en general, oligómeros; transcurrido un cierto tiempo, estos oligómeros empiezan a reaccionar entre sí, dando lugar a especies de tipo polimérico. (17)

Según su composición Química (3)

- Polímeros orgánicos. Posee en la cadena principal átomos de carbono
- Polímeros no orgánicos. No están basados principalmente en átomos de carbono, entre otros:
 - Basados en azufre
 - Basados en silicio

2.3.2 Copolímeros estireno-butadieno

Un copolímero del estireno y el butadieno, fabricado con una proporción 1 a 3 de estas materias primas, constituye el hule sintético más importante que se fabrica en la actualidad; al año se producen más de mil millones de kilogramos de hule de estireno-butadieno (SBR) para fabricar neumáticos

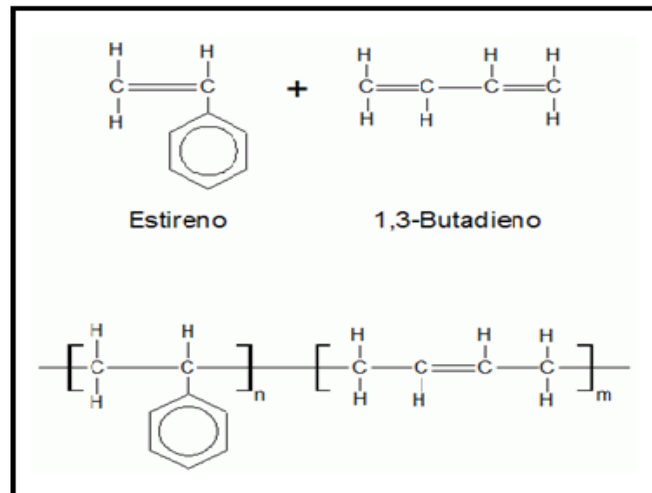


Figura 9. Copolímero estireno-butadieno. (18)

Una aplicación muy importante de la polimerización viviente, es la síntesis de copolímeros por la adición secuencial de monómero.

Otras de las variables que determinan las propiedades del polímero son el peso molecular y el grado de conversión.

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

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

Los copolímeros de estireno-butadieno con mayor contenido de butadieno, hasta 60%, se usan para hacer pinturas y recubrimientos ahulados. Para mejorar la adhesividad, en ocasiones se incorpora el ácido acrílico o los ésteres acrílicos, que elevan la polaridad de los copolímeros. (4)

Un polímero elastomérico de amplio uso comercial en la modificación de asfaltos es el Solprene® 1205. El cual es un copolímero de estireno-butadieno lineal, que tiene un contenido total de 25% de estireno del cual el 17.5% se presenta como bloque de poliestireno y el resto está en forma aleatoria.

2.4 Asfalto modificado

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

2.4.1 Asfalto modificado con polímero

Al mezclar un polímero con un asfalto en caliente sin precauciones especiales ocurre uno de los siguientes tres casos:

- Mezcla heterogénea. Ocurre cuando el asfalto y el polímero son incompatibles. Los componentes de la mezcla se separan y el conjunto presenta las mismas características que el ligante original.
- Mezcla totalmente homogénea. Incluso molecularmente es el caso menos frecuente de compatibilidad perfecta. En este caso, el ligante es extremadamente estable, pero la modificación de sus propiedades de uso es muy débil respecto al asfalto original y sólo aumenta su viscosidad. Este no es el resultado deseado.
- Mezcla microheterogénea. Constituida por dos fases. Esta es la compatibilidad deseada. En un sistema de esas características el polímero compatible se hincha luego de absorber una parte de las fracciones aceitosas ligeras del asfalto para formar una fase polimérica diferente de la fase residual, constituida por las fracciones deseadas del ligante, los aceites restantes, las resinas y los asfaltenos. (19)

Cuando el polímero se adiciona al asfalto caliente y manteniendo agitación el primero absorbe los maltenos hinchándose hasta nueve veces su volumen inicial; con un contenido bajo de polímero, menos de 6%, se forman pequeñas esferas las cuales se distribuyen homogéneamente en una fase continua de asfalto y al incrementar el contenido del polímero se provoca una inversión de fases, la fase continua es el polímero y la dispersa es el asfalto. (4)

2.5 Hule molido de llantas (rubber crumb)

2.5.1 Neumáticos

Un neumático es básicamente un elemento que permite a un vehículo desplazarse en forma suave a través de superficies lisas. Consiste de una cubierta principalmente de caucho que contiene aire el cual soporta al vehículo y su carga.

(20) Su invención se debe al norteamericano Charles Goodyear quién descubrió accidentalmente, en 1839 el proceso de vulcanización, al volcar un recipiente de azufre y caucho encima de una estufa. Esta mezcla se endureció y se volvió impermeable, a la que llamo vulcanización en honor del dios Vulcano. (21)

Sin embargo hay estudios que demuestran que un proceso similar a la vulcanización, pero basado en el uso de materiales orgánicos (savia y otros extractos de plantas) fue utilizado por la Cultura Olmeca 3 500 años antes para hacer pelotas de hule destinadas a un juego ritual. (22)

Las principales materias primas utilizadas en la fabricación de llantas son cauchos naturales y sintéticos (SBS, SBR), acero, textiles y aditivos, entre los que se destacan el negro de humo, aceites, óxido de zinc activado con cadmio, dióxido de titanio, azufre, sílica, resinas fenólicas y ácidos grasos.

La materia base del caucho natural es el látex que se da en la Hevea más conocido como árbol de caucho. Las cualidades que el caucho aporta a las llantas son: la maleabilidad, gran resistencia mecánica y adherencia de estas sobre cualquier tipo de superficie, cualidades que hacen que todavía hoy siga siendo un elemento indispensable para la industria de las mismas, donde se consume aproximadamente el 70% de la producción mundial. (9)

Los tipos de caucho más empleados en la fabricación de neumáticos son: (20)

- Cauchos naturales (NR)
- Estireno-Butadieno (SBR)
- Polibutadienos (BR)
- Polisoprenos sintéticos (IR)

La matriz de caucho más utilizada es el copolímero estireno –butadieno (SBR), en el que la proporción es de aproximadamente un 25% en peso de estireno, o una mezcla de caucho natural y SBR.

La estructura de los cauchos naturales está formada por cis-1,4 poliisopreno mezclado con pequeñas cantidades de proteínas, lípidos y sales inorgánicas,

entre otros. Se encuentra así un polímero de cadena larga y enredada en forma de espiral, de peso molecular medio, 5×10^5 g/mol. (19,20)

Durante la vulcanización, los polímeros lineales paralelos cercanos constituyen puentes de entrecruzamiento entre sí. El resultado final es que las moléculas elásticas de caucho quedan unidas entre sí a una mayor o menor extensión. Esto forma un caucho más estable, duro, mucho más durable, más resistente al ataque químico y sin perder la elasticidad natural

El azufre es un material con singulares propiedades. En determinadas circunstancias, formará cadenas de sus propios átomos. El proceso de vulcanización hace uso de este fenómeno. A lo largo de la molécula de caucho, hay un número de sitios que son atractivos para los átomos de azufre. Son los llamados sitios de cura. En cada sitio de cura, un átomo de azufre se puede unir a sí mismo, y a partir de allí la cadena de átomos de azufre puede crecer hasta que alcance el sitio de cura de otra molécula. Estos puentes de azufre son usualmente de 2 a 10 átomos a lo largo, en contraste con los polímeros más comunes en los que la "columna vertebral" de carbonos puede ser varios miles de veces larga. (21)

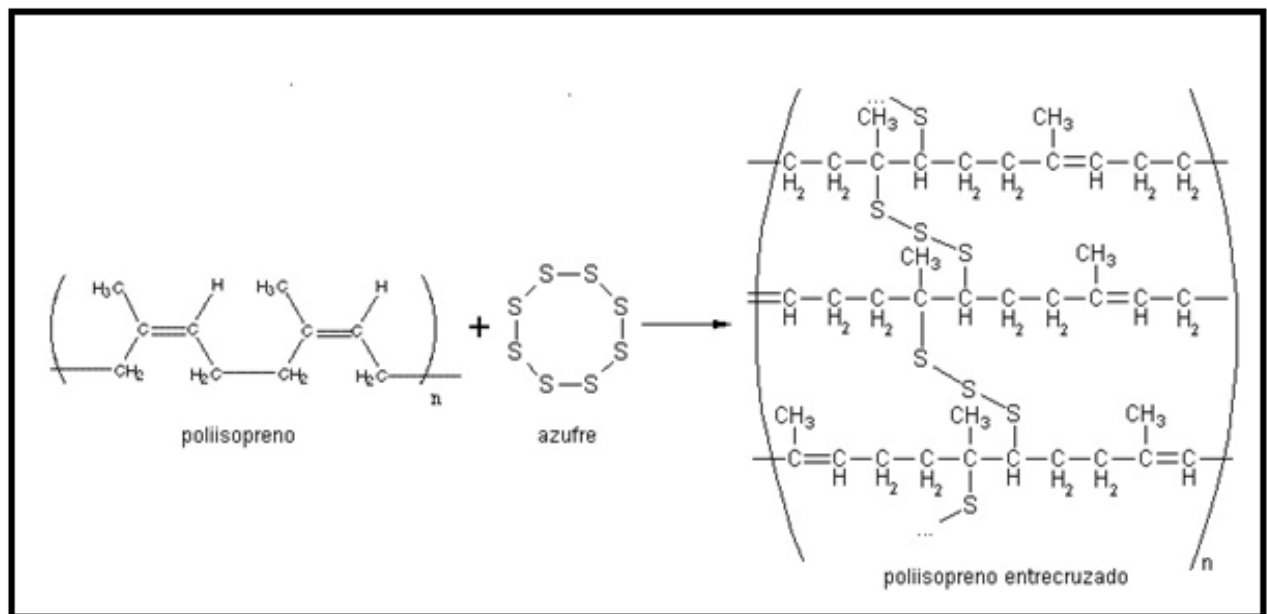


Figura 10. Vulcanización del poliisopreno. (21)

Se agregan además, otros materiales al caucho para mejorar sus propiedades, tales como: suavizantes, que aumentan la maleabilidad del caucho, antes de la vulcanización; óxido de Zinc y de Magnesio, comúnmente denominados activadores, pues son mezclados para reducir el tiempo de vulcanización de varias horas a pocos minutos; antioxidantes, para dar mayor vida al caucho sin que se degrade por la acción del oxígeno y el ozono; y finalmente negro de humo, especie de humo negro obtenido de la combustión incompleta de gases naturales, que entrega mayor resistencia a la abrasión y a la tensión. (20)

Según la Rubber Manufacturers Association, en general, el neumático está compuesto por los siguientes componentes:

Tabla 3. Composición de los neumáticos de pasajeros (automóviles y camionetas)

Caucho natural	14 %
Caucho sintético	27%
Negro de humo	28%
Acero	14-15%
Fibra textil, suavizantes, óxidos, antioxidantes, etc.	16-17%
Peso promedio	8.6 kg
Volumen	0.06 m ³

Tabla 4. Composición de los neumáticos de MCT (Camiones y microbuses)

Caucho natural	27%
Caucho sintético	14%
Negro de humo	28%
Acero	14-15%
Fibra textil, suavizantes, óxidos, antioxidantes, etc.	16-17%
Peso promedio	45.4 kg
Volumen	0.36 m ³

Según Combustibles alternativos, Holderbank 1997, la composición química de los neumáticos es la siguiente:

Tabla 5. Composición química de los neumáticos

Elemento	Porcentaje (m/m)
Carbono (C)	70
Hidrogeno (H)	7
Azufre (S)	1.3
Cloro (Cl)	0.2-0.6
Fierro (Fe)	15
Oxido de Zinc (ZnO)	2
Dióxido de silicio (SiO ₂)	5
Cromo (Cr)	97 ppm
Níquel (Ni)	77 ppm
Plomo (Pb)	60-760 ppm
Cadmio	5-10 ppm
Talio	0.2-0.3 ppm

Aunque puede variar según el tipo de neumático o el país de fabricación.

2.5.2 Reciclaje de llantas

La masiva fabricación de neumáticos y las dificultades para reutilizarlos una vez usados, constituye uno de los más graves problemas medioambientales de los últimos años en todo el mundo. Un neumático necesita grandes cantidades de energía para ser fabricado (medio barril de petróleo crudo para fabricar un neumático de camión) y también provoca, si no es convenientemente reciclado, contaminación ambiental al formar parte, generalmente, de colectores incontrolados.

Existen métodos para conseguir un reciclado coherente de estos productos pero faltan políticas que favorezcan la recolección y la implantación de industrias

dedicadas a la tarea de recuperar o eliminar, de forma limpia, los componentes peligrosos de las gomas de los vehículos y maquinarias.

Un gran porcentaje se deposita en zonas de acopios controlados sin tratar, otro porcentaje se deposita después de ser triturado y el resto no está controlado.

Para eliminar estos residuos se usa con frecuencia la quema directa que provoca graves problemas medioambientales ya que produce emisiones de gases que contienen partículas nocivas para el entorno, aunque no es menos problemático el almacenamiento, ya que provocan problemas de estabilidad por la degradación química parcial que éstos sufren y producen problemas de seguridad en el vertedero.

Las montañas de neumáticos forman arrecifes donde la proliferación de roedores e insectos constituye un problema añadido.

La reproducción de ciertos mosquitos, que transmiten por picadura fiebres y encefalitis, llega a ser 4,000 veces mayor en el agua estancada de un neumático que en la naturaleza.



Figura 11. Vista de depósito de neumáticos en New York (1992) (23)



Figura 12. Quema de llantas. (24)

En la actualidad se puede utilizar diversos métodos para la recuperación de neumáticos y la destrucción de sus componentes peligrosos. (25)

2.5.2.1 Obtención del hule molido



Figura 13. Hule de llanta, rubber crumb. (26)

Existen dos principales procesos para la obtención del hule molido: el proceso mecánico y el proceso criogénico.

1.- El proceso mecánico consiste en eliminar los cinturones de acero de las llantas, después la llanta es llevada a un equipo triturador donde se reduce la llanta a tamaños aproximadamente de 25 y 40 cm cuadrados. Este producto es llevado a tolvas instaladas en la entrada de los granuladores. El granulador recibe

el producto y lo lleva a una serie de moliendas por medio de cuchillas de pulverización en hule. Dentro de estos procesos, existen sistemas magnéticos que separan el acero y metal expulsándolo mediante un tubo vibratorio a los depósitos principales de recolección de acero. El hule pasa a una mesa vibratoria donde esta instalado un sistema de vacío que elimina la fibra sintética que tiene la llanta.

Después de este paso, se transporta el hule a unas cribas que permiten seleccionar las medidas deseadas de acuerdo a las necesidades de granulometría del mercado.

2.- La molienda criogénica. Permite obtener un producto estable, de calidad uniforme y controlada, características imposibles de conseguir con molienda mecánica.

Esta avanzada tecnología se basa en el aprovechamiento de la capacidad de enfriamiento del nitrógeno líquido (-196°C) para congelar el hule hasta el punto en que se torna quebradizo, se logra una temperatura por debajo de la transición vítrea, con la que se vuelve frágil, llevándose a cabo la pulverización en ausencia de oxígeno, permitiendo de esta manera proteger la superficie envolvente de cada partícula del polvo pulverizado con antioxidantes, antiozonantes, etc., evitando así, la degradación del producto. (27)

2.5.2.2 Propiedades del hule molido

Las propiedades típicas del hule molido son las siguientes:

- Absorción de cargas y esfuerzos
- Resistencia al torque
- Aislante térmico y eléctrico
- Baja permeabilidad
- Resistencia al intemperismo y luz solar, cambios bruscos de temperatura, lluvia, etc.
- Resistencia al ozono
- Resistencia al envejecimiento, viscosidad constante

- Resistencia al desgarre
- Resistencia a la abrasión
- Resistencia a la humedad (27)

2.5.3 Características del asfalto ahulado

El asfalto ahulado, es un material que propicia carreteras duraderas debido a varias propiedades que adquiere la mezcla asfalto-hule:

- Elasticidad, le provee resistencia al agrietamiento
- Impermeabilidad, da estabilidad a la estructura, al impedir la filtración de humedad en los sentidos descendente y ascendente y además, evita la pérdida de los elementos volátiles;
- Cohesión y adhesividad, reduce el desmoronamiento que ocurre en el borde de las grietas.
- Antioxidante, con lo que retrasa su endurecimiento y desgaste. Confirmando su rendimiento superior al asfalto convencional, respecto a las características de fricción, abrasión y deshielo.

El asfalto modificado con el hule de las llantas usadas está definido como “una mezcla de cemento asfáltico, hule reciclado y ciertos aditivos en los que el hule representa por lo menos el 15% del peso total de la mezcla, el cual ha sido mezclado lo suficiente con el cemento asfáltico para provocar la integración de las partículas de los componentes”. (28,29)

Existen dos formas de utilizar las llantas en la producción de asfalto:

- El proceso seco es cualquier método donde el hule de llanta es adicionado directamente a la mezcla asfáltica caliente, siendo usualmente mezclado con los agregados pétreos antes de adicionar el cemento asfáltico. Este proceso se lleva a cabo cuando se quiere usar el hule de llanta como un agregado en la mezcla asfáltica. Por lo general, como un sustituto de una pequeña parte del agregado fino, el cual puede estar entre el uno y tres por ciento del peso total de los agregados de la mezcla. No requiere un

equipo especial, solo un sistema de alimentación que proporcione la cantidad adecuada de hule de llanta y que sea suministrada en el momento indicado para que se mezcle con los agregados cuando estos alcancen cierta temperatura y antes de que el ligante sea adicionado.

- Proceso por vía húmeda, el hule de llanta es mezclado con el cemento asfáltico para producir una mezcla modificada asfalto-caucho que es usada de la misma manera que un ligante modificado. (9)

El hule de llanta absorbe parte de los maltenos, dejando un gran contenido de asfaltenos, aumenta la elasticidad y temperatura de ablandamiento del nuevo asfalto modificado, y disminuye la penetración. (19)

Las ventajas del uso del hule molido con asfalto son

- Absorción de cargas y esfuerzos
- Funciona como un aislante térmico eléctrico
- Tiene una mayor resistencia al intemperismo y luz solar, a los cambios bruscos de temperatura, lluvia etc.
- Ofrece una mayor resistencia al envejecimiento, al desgarre y a la humedad
- Ofrece una mayor resistencia a la Abrasión.

En la modificación de asfaltos la experiencia ha demostrado que los mejores resultados se obtienen cuando las proporciones de los agentes modificadores se aplican en los siguientes intervalos

- Hule molido de 12 a 24%
- Polímeros de 2.5 a 3.5 %

2.6 Segregación del asfalto

Se sabe que en el asfalto existe una convivencia entre los maltenos y los asfaltenos en donde estos dos componentes son relativamente compatibles entre sí, pero al agregarle algún agente modificador al asfalto el modificador interactúa

directamente con los maltenos absorbiéndolos, entonces se da una competencia entre los asfaltenos y el agente modificador por los maltenos.

La segregación es el efecto de la separación natural entre los componentes del asfalto, este efecto se acelera con la temperatura llegando a su máxima segregación teórica a 180°C en 24 horas, y se favorece por condiciones de almacenamiento estático.

2.7 Técnicas de caracterización

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:

- Penetración (PE). ASTM D5 (30)

El ensayo de penetración determina la dureza o consistencia relativa de un betún asfáltico, midiendo la distancia que una aguja normalizada penetra verticalmente en una muestra del asfalto en condiciones especificadas de temperatura, carga y tiempo. La medida de la penetración se hace a 25°C, la aguja está cargada con 100 gramos y la carga se aplica durante 5 segundos. La unidad de la penetración es décima de milímetro



Figura 15. Prueba de penetración.

Especificaciones del equipo:

- Los valores de penetración se reportan en (1/10 mm)
- El peso del huso es de 47.5 ± 0.05 g
- El peso del huso mas la aguja es de 50 ± 0.05 g
- Se tiene un peso de 100 ± 0.05 g
- La aguja es de acero inoxidable resistente a la temperatura con 50 mm de largo y un diámetro de 1 mm

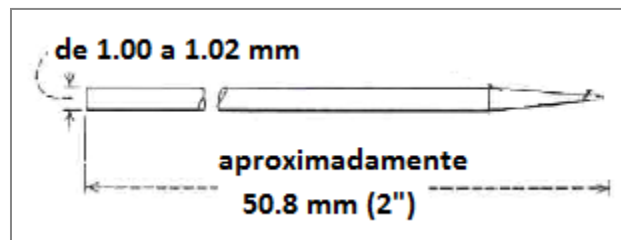


Figura 16. Aguja para prueba de penetración. (30)

Dimensiones de la charola:

Diámetro de la charola: 61 mm

Altura de la charola: 25 mm

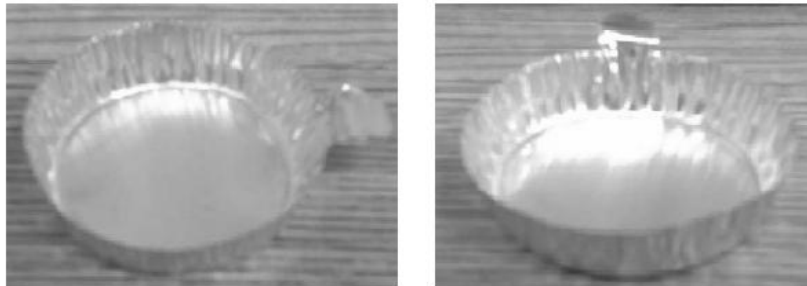


Figura 17. Charolas de aluminio para prueba de penetración

- Temperatura de Ablandamiento (TA). ASTM D36 (31)

La temperatura de Ablandamiento se determina usualmente por el método de anillo y bola. Indica la temperatura a la cual los asfaltos se hacen fluidos. Consiste en llenar de asfalto fundido un anillo de latón (20 mm de diámetro interno). La

muestra así preparada se suspende en un baño de etilenglicol y sobre el centro de la muestra se sitúa una balín de acero de 9.5 mm de diámetro y $3.5 \text{ g} \pm 0.05\text{g}$. A continuación se calienta el baño a una velocidad de 5°C por minuto y se toma la temperatura en el momento en que la muestra fluye debido al peso del balín, y recorre una distancia vertical descendente de 25 mm, haciendo contacto con una laminilla colocada a esa distancia en la parte inferior. Dependiendo del tipo de asfalto se puede utilizar como baño al agua destilada (con un intervalo de $30\text{-}80^\circ\text{C}$) para evitar burbujas en la superficie, o etilenglicol ($30\text{-}110^\circ\text{C}$).



Figura 18. Rack para determinación de temperatura de ablandamiento (TA)

2.8 Índice de penetración

A partir de la penetración a 25°C y del punto de ablandamiento anillo y bola, Pfeiffer y Van Doormal han definido el llamado índice de penetración (IP), que proporciona un criterio de medida de la susceptibilidad térmica y de la desviación del comportamiento newtoniano del ligante.

Si se representa al logaritmo de la penetración en función de la temperatura, T , a la que se realiza el ensayo, se obtiene una función lineal, lo cual sugirió que la pendiente de la recta pudiera ser usada como índice de la susceptibilidad. Su determinación requería ensayos de penetración hechos a distintas temperaturas.

Al extrapolar dicha recta hasta la temperatura del punto de ablandamiento, la penetración correspondiente, para cualquier tipo de betún, resultaba ser del orden de 800; de aquí que el IP pueda calcularse con una sola penetración y el punto de ablandamiento.

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

$$A = \frac{\log\left(\frac{800}{PEN_{25}}\right)}{TA - 25}$$

Donde

IP: índice de penetración

A: Susceptibilidad térmica, es la pendiente de la curva obtenida al graficar los valores de la penetración en escala semi-logarítmica vs las distintas temperaturas de ensayo

Log(800): es la penetración máxima para el asfalto a la temperatura de ablandamiento (TA).

PEN₂₅: 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

25: temperatura estándar a la que está sometida la prueba de penetración.

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. (3)

Tabla 6. Clasificación de los cementos asfálticos en función del IP

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

CAPITULO 3. PARTE EXPERIMENTAL

3.1 MATERIALES

SUSTANCIAS.

- Polímero comercial Solprene® 1205; dibloque lineal de poli(estireno-b-butadieno) que tiene un contenido total de 25% de estireno del cual el 17.5% se presenta como bloque de poliestireno y el resto está en forma aleatoria. Fue una donación de Dynasol Elastómeros de México.
- Hule de llanta comercial obtenido por el proceso mecánico, el cual se tamizó empleando una serie americana de tamices USA standard ASTM E 11-61 y se encontró la siguiente distribución de tamaño de partícula

Tabla 7. Distribución de tamaño de partícula del hule de llanta

USA standard ASTM E 11-61	% que se queda en el tamiz	Abertura en mm
10	0	1.68
18	46.0	1.00
25	27.7	0.707
30	26.3	0.595

El tamizado se utilizó solo para conocer la distribución de partícula. La mezcla de hule se utilizó tal cual para la modificación del asfalto.

- Asfalto AC-20, Salamanca, Guanajuato. Donación de la planta de asfalto-Gobierno del distrito Federal
- Aceite resistente a la degradación térmica a + de 200°C. Para baño de calentamiento.
- Grasa de silicón. El crisol S.A. de C.V.
- Etilenglicol QP Química Barsa S.R.L.

MATERIALES.

- Vaso de precipitados de 800 mL.
- Latas chicas de aluminio o latón de diámetro de 6 cm y de profundidad de 5.5 cm, sin tapa ni rebaba.

- Anillos estandarizados para la prueba de temperatura de ablandamiento
- Charolas de aluminio de diámetro de 5 cm y profundidad de 1.5 cm
- Rack para soportar los anillos estandarizados, incluyendo termómetro, Prueba TA
- Anillos centradores de balines para los anillos estandarizados. Prueba TA
- Balines estandarizados para la prueba de temperatura de ablandamiento, Prueba TA

APARATOS.

- Parrilla eléctrica
- Transformador variable (Variac, Reóstato, etc)
- Termómetro
- Motor agitador
- Agitador tipo propela
- Parrilla electromagnética con agitador magnético
- Penetrómetro universal con aguja estandarizada
- Controlador de temperatura

3.2 TECNICA DE MODIFICACION DE ASFALTO

Asfalto sin modificador

Con el propósito de que todas las muestras (asfalto solo y asfalto modificado) tengan la misma historia térmica, una muestra de asfalto solo fue sometida al siguiente tratamiento:

- Se funde el asfalto AC 20 (aprox. 90°C) de salamanca, se vierte la cantidad deseada en un recipiente metálico.
- Se montó el equipo como se muestra en la figura 19

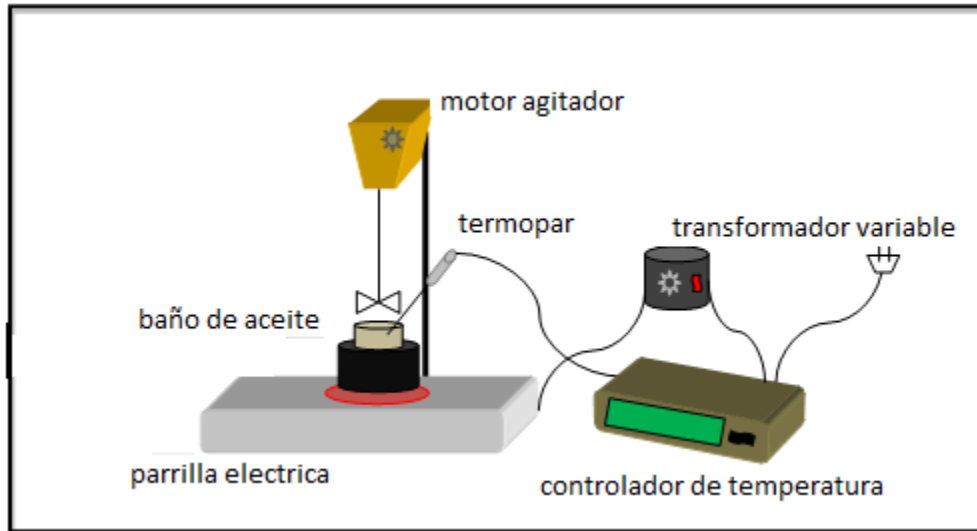


Figura 19. Equipo para la modificación de asfaltos.

- La muestra de asfalto AC-20 se colocó en un baño de aceite para evitar gradientes de temperatura, se calentó gradualmente hasta llegar a 180°C.
- Con la ayuda de un controlador de temperatura se mantuvo constante la temperatura, con agitación de 500 RPM durante 4 horas.
- Concluido este tiempo se detiene la agitación y se apaga el controlador de temperatura, se llena una pequeña charola de aluminio y 2 anillos para pruebas de penetración y temperatura de ablandamiento respectivamente.

Elaboración de las mezclas de asfalto

Se elaboraron mezclas de asfalto con 2, 10, 15% de hule de llanta y 1, 2, 5, 10% de polímero solprene S-1205, también se hicieron mezclas asfalto-hule de llanta-polímero manteniendo constante el nivel de proporción de hule y variando el nivel de proporción de polímero.

En la siguiente tabla se muestran las cantidades de asfalto, hule de llanta y polímero necesarios para preparar mezclas de un total de 100 g

Tabla 8. Balance de materia para la preparación de mezclas.

A-HL				SB					A-HL-SB							
AC 20	2%	10%	15%	AC 20	1%	2%	5%	10%	AC 20	HL 2%	HL 10%	HL 15%	SB 1%	SB 2%	SB 5%	SB 10%
98	2															
90		10														
85			15													
				99	1											
				98		2										
				95			5									
				90				10								
									97	2			1			
									96	2				2		
									93	2					5	
									88	2						10
									89		10		1			
									88		10			2		
									85		10				5	
									80		10					10
									84			15	1			
									83			15		2		
									80			15			5	
									75			15				10

El procedimiento para preparar las mezclas de asfalto-modificado fue “mezclado en caliente”, el cual consiste en las siguientes etapas:

- Se funde el asfalto, una vez fundido se coloca en un recipiente metálico (una lata) la cantidad de asfalto necesaria para cada proporción de hule de llanta, polímero, o hule de llanta-polímero.
- Se pesa el hule de llanta para cada mezcla. Se efectuarán tres mezclas: 2%, 10%, y 15% de hule de llanta. Se pesa el polímero necesario para cada mezcla, se empleará solprene S-1205. Se efectuarán cuatro mezclas: 1%, 2%, 5% y 10% de polímero.

- La lata de aluminio que contiene el asfalto se coloca en una baño de aceite para calentarlo gradualmente a 180°C, una vez que se alcanza esta temperatura se agrega el hule, polímero o hule-polímero poco a poco (en un tiempo de 30 min) y con agitación constante de 500 rpm.
- Después de que se agrega el hule de llanta, polímero o hule de llanta-polímero se deja 4 horas a 180°C con agitación constante.
- Ya que se tiene la mezcla asfáltica, se vierte inmediatamente a un tubo metálico, para la prueba de segregación norma ASTM D7173 (32). Después de haber llenado el tubo se prepara una charola y un anillo para las pruebas de penetración y temperatura de ablandamiento de la mezcla.

3.3 Prueba de segregación. (Prueba de estabilidad asfalto-agregados)

Esta prueba se llevó a cabo siguiendo el protocolo ASTM D7173 (32)

Como se mencionó anteriormente, ya que tenemos la mezcla asfáltica se vierte una muestra a un tubo metálico de 1.25 cm de radio y 12 cm de longitud cuidando de no llenar demasiado el tubo para evitar derrames debido a la dilatación; cuando ya se tiene la mezcla asfáltica en el tubo se introduce en la estufa a 180°C por 24 horas, sin agitación, ya que se trata de identificar la posible segregación o separación de fases bajo condiciones de almacenamiento estático.

Una vez transcurridas 24 horas se saca el tubo de la estufa y se deja enfriar, se corta en tres secciones (la parte superior e inferior tienen una longitud aprox. de 4.5 cm). se analizan únicamente las partes superior e inferior del tubo que contenía el asfalto modificado desechándose la parte del centro. En lo sucesivo se denominará a la parte superior “cabeza” y a la parte inferior “cola”, se funde la sección superior e inferior y se llena una charola y un anillo de cada sección para prueba de penetración y temperatura de ablandamiento. Una vez que se enfrían y solidifican, se realizan las pruebas.



Figura 20. Tubos para prueba de segregación

3.4 Determinación de Penetración

Esta prueba se llevó a cabo siguiendo el protocolo ASTM D5 (30)

- Se coloca la charola de aluminio que contiene la muestra de asfalto en un baño de agua a 25°C por una hora para que la temperatura sea uniforme en toda la muestra
- Se inserta la aguja al penetrómetro y luego se atornilla para fijarla. Se ajusta el aparato hasta que la lectura de penetración sea igual a cero.
- Se coloca un gato y se ajusta hasta que la aguja toque ligeramente la superficie de la muestra.
- La aguja se libera por 5 segundos presionando el mango (liberando el seguro). Se toma la lectura de penetración.
- Se baja el gato para que la muestra se suelte de la aguja. Se regresa la muestra al baño
- La aguja se limpia con una franela empapada en n-heptano, de arriba hacia abajo en forma vertical
- Todo el procedimiento se repite 10 veces
- Para las siguientes penetraciones se coloca la aguja en otras regiones en la superficie
- Se toma el promedio de todos los datos.

3.5 Determinación de Temperatura de ablandamiento

Esta prueba se llevó a cabo siguiendo el protocolo ASTM D36 (31)

- En un vaso de precipitados de 800 mL se vierten a temperatura ambiente 600 mL de etilenglicol
- Se colocan los anillos estandarizados con las muestras de asfalto en el rack y se centra el balón con la ayuda del anillo centrador.
- Se sumerge el rack con las muestras en el baño de etilenglicol; dicho baño se calienta con una parilla eléctrica-magnética con una tasa de 5°C/min con agitación muy suave (usando un agitador magnético) para obtener una temperatura homogénea en todo el líquido.
- El contenido del anillo se empieza a ablandar con el tiempo, hasta que el balón envuelto en el asfalto cae a través del anillo y toca la placa inferior del sistema. En ese momento se toma lectura de la temperatura, la cual, será registrada como temperatura de ablandamiento (TA) del asfalto.

3.6 Microscopía de fluorescencia.

La distribución de los materiales que componen las mezclas polímero-asfalto-hule de llanta, puede ser examinada visualmente por medio de la técnica de microscopia de fluorescencia, donde la muestra se ilumina mediante una lámpara de luz ultravioleta y el polímero disperso en el asfalto-hule de llanta emite luz visible de color amarillo y de mayor longitud de onda, mientras que el asfalto únicamente absorbe la luz sin presentar fluorescencia. El hule de llanta es un compuesto que contiene polímero, por lo que se espera que fluoresca, aunque la luminosidad es menor porque otro de los componentes: el negro de humo. No tiene capacidad de emitir fluorescencia

La microscopía de las muestras se efectuó en un microscopio de fluorescencia Carl-Zeiss, KS 300 a temperatura ambiente y aumentos de 10X y 20X. El filtro que se usó corresponde a un intervalo de longitud de onda de 390-450 nm.

CAPITULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

4.1 Microscopía de fluorescencia.

4.1.1 A-SB

En la fig. 21 se muestra a manera de ejemplo una imagen de la mezcla asfalto-polímero 5% m/m.



Figura 21. Imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla A-SB5. (20x)

El polímero (SB) está presente en la forma de partículas de gran tamaño, ya que la concentración es relativamente alta y el polímero se ha hinchado con maltenos, estas partículas están dispersas en la fase continua constituida por el asfalto. Es de hacer notar, que la Fig. 21 muestra que las partículas tienden a aglomerarse en lo que podríamos llamar una tendencia incipiente a establecer una fase continua de polímero hinchado.

En la fig. 22 se muestra a manera de ejemplo una de las imágenes de la mezcla asfalto-polímero 10% m/m.

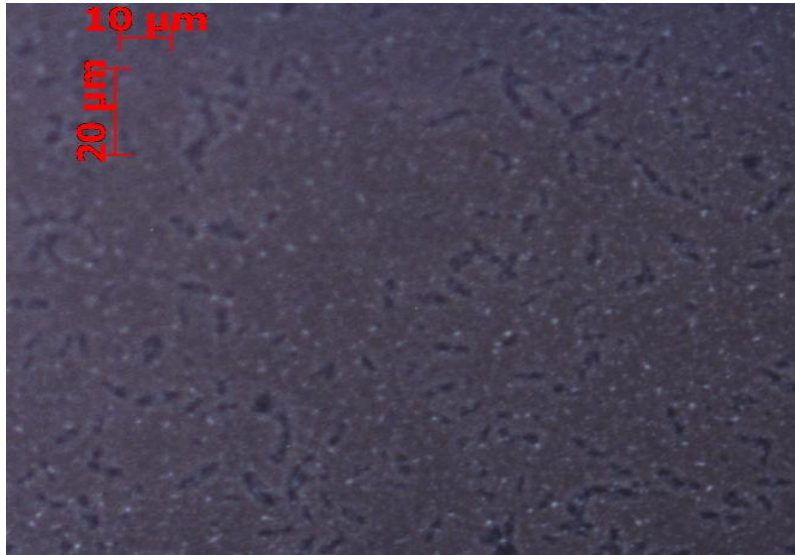


Figura 22. Imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla A-SB10

La concentración de polímero en 10% m/m en la mezcla asfalto-polímero sometida a la microscopía de fluorescencia presenta una inversión de fases, tal y como se muestra en la Fig. 22, el polímero hinchado aumenta su volumen a tal grado que es capaz de establecer una estructura continua en la que el asfalto se encuentra integrando una fase dispersa. Estudios anteriores demuestran que el polímero puede llegar a aumentar su tamaño hasta nueve veces.

4.1.2 A-HL

Las imágenes de las mezclas asfalto-hule de llanta obtenidas por la microscopía de fluorescencia revelaron que el hule fluoresce, mostrando una coloración clara en contraste con el asfalto que absorbe la radiación ultravioleta y no emite fluorescencia lo cual se manifiesta en un campo oscuro

En la fig. 23 se muestra a manera de ejemplo la imagen de la mezcla asfalto-hule de llanta 2% m/m.

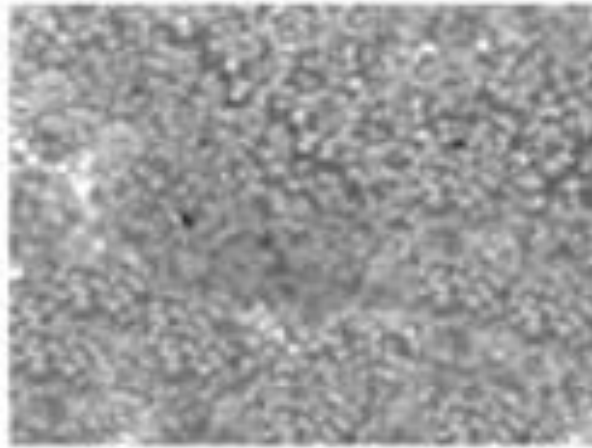


Figura 23. Imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-hule de llanta 2% m/m (20x)

De acuerdo con la Fig. 23 la imagen de fluorescencia de la mezcla de asfalto–hule de llanta A-HL2_20x, muestra que el hule se hincha con maltenos, el hule hinchado ocupa un gran volumen.

En la fig. 24 se muestra a manera de ejemplo una imagen de la mezcla A-HL10 y una imagen de la mezcla A-HL15, respectivamente.

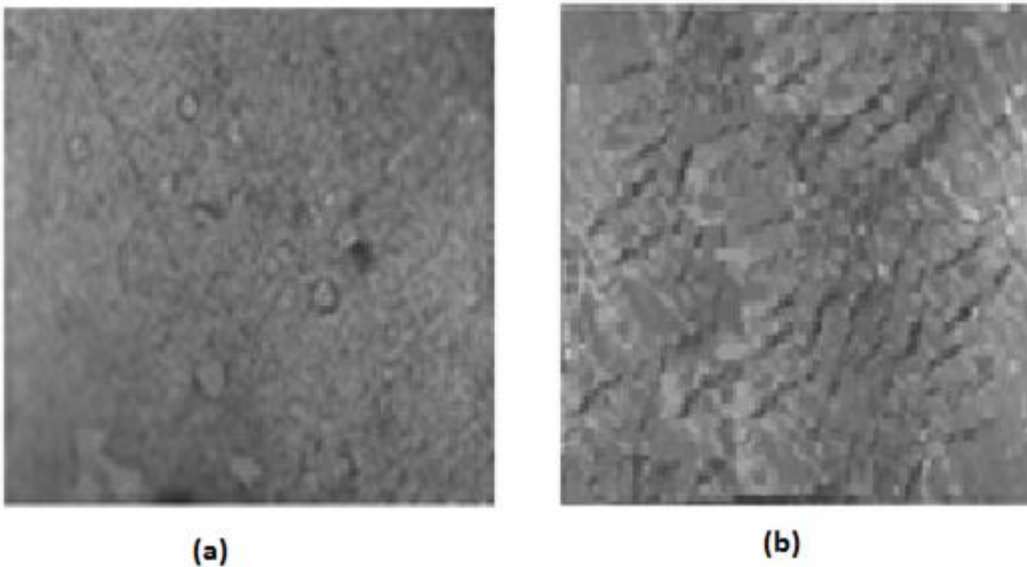


Figura 24. Imágenes de microscopía de fluorescencia (a) mezcla Asfalto-hule de llanta 10% m/m (20x) y (b) mezcla Asfalto-hule de llanta 15% m/m (10x)

A concentraciones mayores de hule, las mezclas A-HL10 y A-HL15, con un contenido de 10%*m/m* y 15%*m/m*, respectivamente, presentan grandes aglomeraciones de hule hinchado con maltenos, tal como se observa en las imágenes correspondientes a las muestras A-HL10_20x y A-HL15_10x.

4.1.3 A-HL-SB

En la figura 25 se muestra a manera de ejemplo la imagen de la muestra A-HL2-SB2.

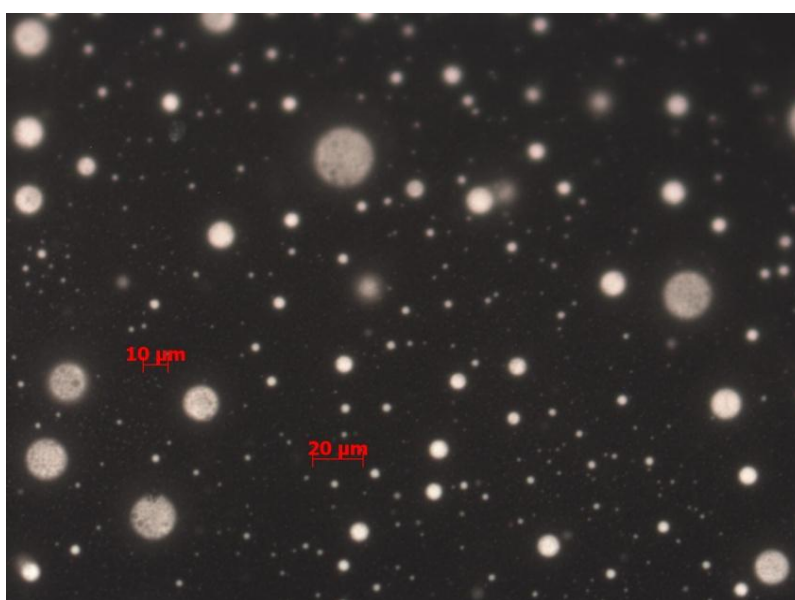


Figura 25. Imagen de la mezcla de asfalto-hule 2%*m/m*-polímero 2%*m/m*

En la mezcla A-HL2-SB2, Fig. 25 se observa una fase continua constituida por asfalto, que se manifiesta como una zona oscura, mientras que el polímero se presenta en pequeñas esferas, constituyendo una fase dispersa. Debido a su baja concentración, el hule queda enmascarado por la oscuridad del asfalto y la luminosidad del polímero.

En la figura 26 se muestra a manera de ejemplo la imagen de la muestra A-HL10-SB10.

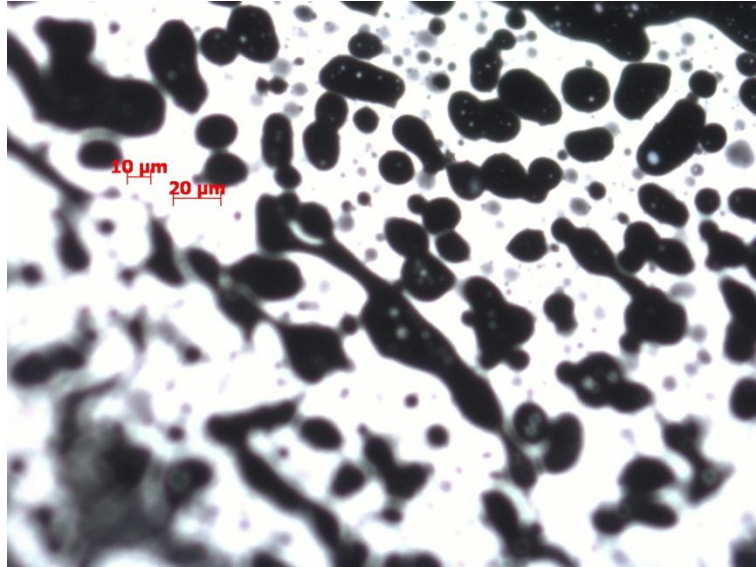


Figura 26. Imagen de la mezcla de asfalto-hule 10% m/m-polímero 10% m/m

Aparentemente la Fig. 26 sugiere que el asfalto se muestra disperso en una fase continua de polímero hinchado.

En la figura 27 se muestra a manera de ejemplo una imagen de la muestra A-HL15-SB2.

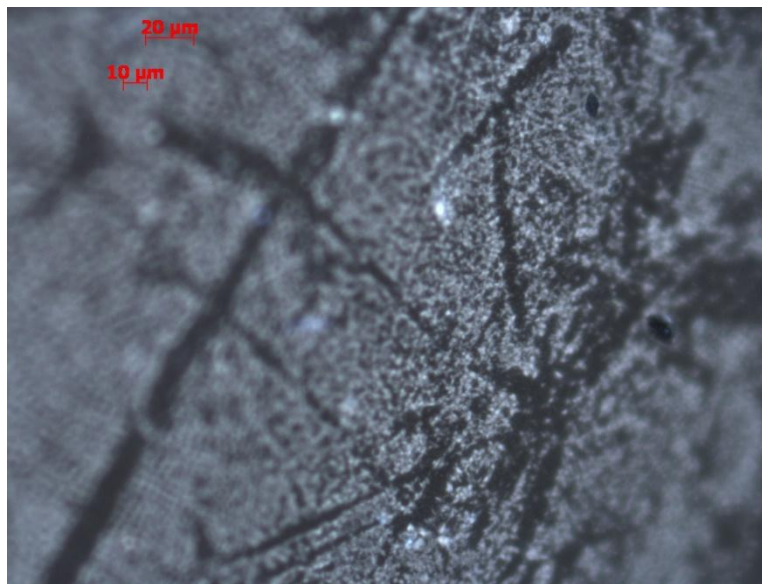


Figura 27. Imagen de la mezcla de asfalto-hule 15% m/m-polímero 2% m/m

La figura 27 sugiere que en la mezcla de A-HL15-SB2, el asfalto se presenta como una fase dispersa, suspendida en una mezcla heterogénea de dos fases: hule hinchado con asfalto y polímero hinchado con asfalto. Es decir, se tienen zonas de hule con asfalto disperso y zonas de polímero solprene con asfalto disperso.

En la figura 28 se presenta a manera de ejemplo una imagen de la muestra A-HL15-SB10.



Figura 28. Imagen de la mezcla de asfalto-hule 15%*m/m*-polímero 10%*m/m*

Las Figura 28 demuestra que la fluorescencia del polímero solprene 1205 es muy intensa y deslumbra a la cámara, dificultando el apreciar el hule de llanta hinchado, que fluoresce con menor intensidad, tal vez debido a su contenido de negro de humo.

4.2 Temperatura de Ablandamiento.

4.2.1 A-SB

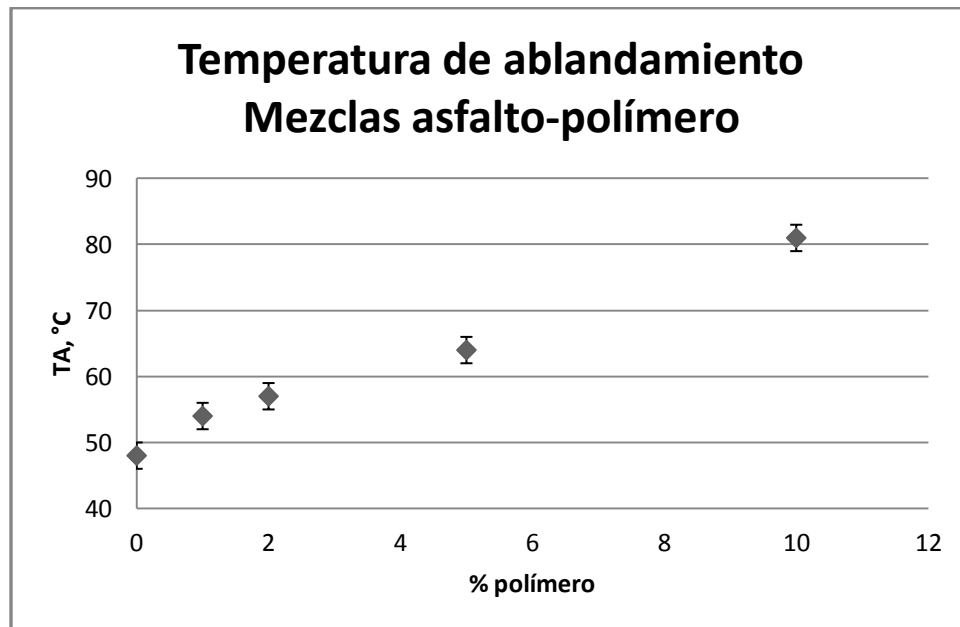
En la tabla 9 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) de cinco muestras: una (AC 20) asfalto solo y cuatro de asfalto modificado con diferentes cantidades de polímero (A-SB1, A-SB2, A-SB5 y A-SB10)

Tabla 9. Temperatura de Ablandamiento (TA) de asfalto solo (AC 20) y asfalto modificado con polímero (SB)

	% Hule de llanta	% polímero	TA
AC 20	0	0	48
A-SB1	0	1	54
A-SB2	0	2	57
A-SB5	0	5	64
A-SB10	0	10	81

Los resultados que se muestran en esta tabla indican que la incorporación del polímero en el asfalto produce materiales con mayor resistencia termo-mecánica que el asfalto, y que, en el rango de concentraciones investigadas, el incremento en el porcentaje de polímero incrementa la resistencia del asfalto modificado.

En la gráfica 1 se presentan estos mismos resultados y en ella se ve que el incremento de TA es proporcional al porcentaje de polímero (SB)



Gráfica 1. Temperatura de ablandamiento en mezclas asfalto-polímero

4.2.2 A-HL

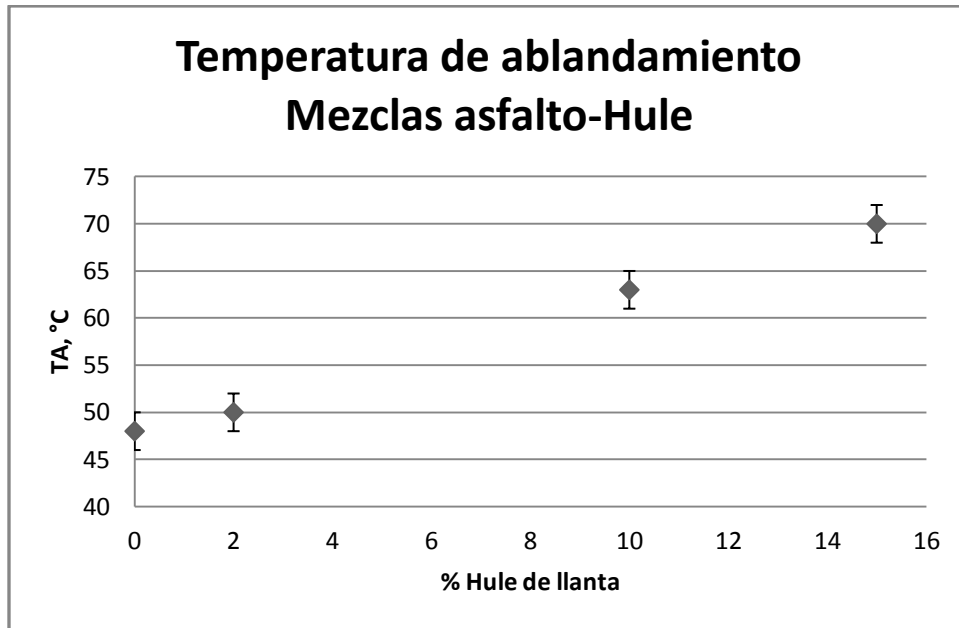
En la tabla 10 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) de cuatro muestras: una (AC 20) de asfalto solo y tres de asfalto modificado con diferentes cantidades de hule de llanta (A-HL2, A-HL10 y A-HL15).

Tabla 10. Temperatura de Ablandamiento (TA) de asfalto solo (AC 20) y asfalto modificado con hule de llanta

	% Hule de llanta	% polímero	TA
AC 20	0	0	48
A-HL2	2	0	50
A-HL10	10	0	63
A-H15	15	0	70

Los resultados que se muestran en esta tabla indican que la incorporación de hule de llanta en el asfalto produce materiales con mayor resistencia termo-mecánica que el asfalto, y que, en el rango de concentraciones investigadas, el incremento en el porcentaje del hule de llanta incrementa la resistencia del asfalto modificado.

En la gráfica 2 se presentan estos mismos resultados y en ella se ve que el incremento de TA es proporcional al % de hule de llanta.



Gráfica 2. Temperatura de Ablandamiento vs % m/m Hule de llanta.

Es de hacer notar que a partir de los datos de TA, que una mezcla de asfalto conteniendo un 10% de hule equivale a otra mezcla de asfalto conteniendo 5% de polímero, mientras que una mezcla de asfalto conteniendo 15% de hule equivale a una mezcla de asfalto con 6.6% de polímero, desde el punto de vista de los valores de TA. No obstante, hay que tomar en cuenta que los valores típicos de modificación de asfalto con polímero están en el intervalo de 2-3.5%w/w de contenido de polímero.

4.2.3 A-HL-SB

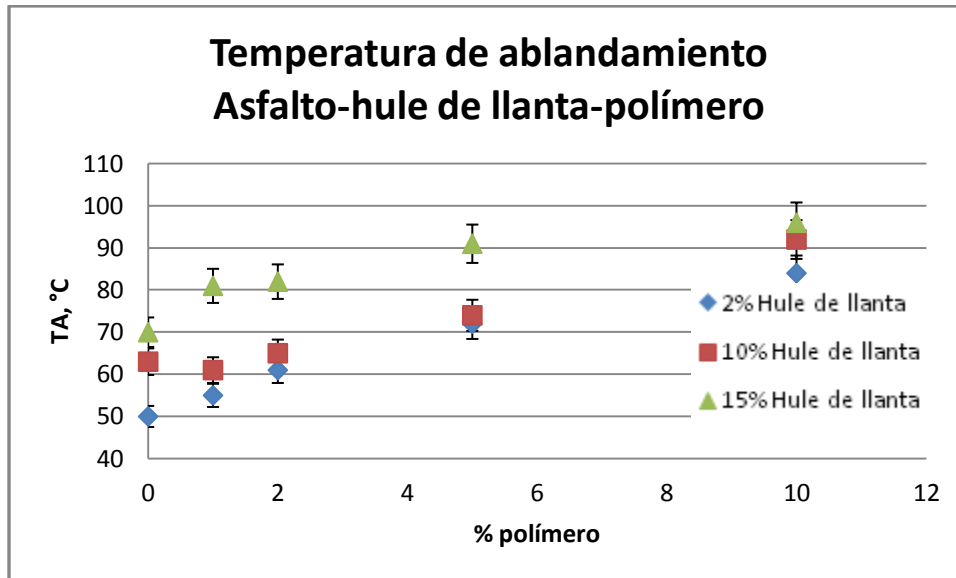
En la tabla 11 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) de 15 muestras: tres de asfalto-hule (A-HL2, A-HL10 Y A-HL15) y doce de asfalto-hule-polímero.

Tabla 11. Temperatura de Ablandamiento (TA) de mezclas asfalto-hule de llanta-polímero

	% Hule de llanta	% polímero	TA
A-HL2	2	0	50
A-HL2-SB1	2	1	55
A-HL2-SB2	2	2	61
A-HL2-SB5	2	5	72
A-HL2-SB10	2	10	84
A-HL10	10	0	63
A-HL10-SB1	10	1	61
A-HL10-SB2	10	2	65
A-HL10-SB5	10	5	74
A-HL10-SB10	10	10	92
A-HL15	15	0	70
A-HL15-SB1	15	1	81
A-HL15-SB2	15	2	82
A-HL15-SB5	15	5	91
A-HL15-SB10	15	10	96

Los resultados que se muestran en esta tabla indican que la incorporación de polímero (SB) a las mezclas asfalto-polímero mejora las propiedades termomecánicas de las mezclas. Las modificaciones de asfalto- 15% de hule de llanta-polímero tienen las TA's más altas.

En la gráfica 3 se presentan estos mismos resultados



Gráfica 3. Temperatura de Ablandamiento de Mezclas asfalto/hule modificadas con polímero

Es interesante observar que como se ha mencionado, es muy frecuente la modificación de asfalto con 2% de polímero A-SB2, el cual presenta una TA de 57°C, mientras que el asfalto sin modificar tiene una TA de 48°C. Al mezclar asfalto con hule de llanta, desde luego nos interesa incorporar la mayor cantidad de hule de llanta (por menor costo frente al asfalto y al polímero), siempre y cuando cumpla con los requerimientos termo-mecánicos para un buen desempeño del material aplicado a carpeta asfáltica. Por lo que al notar que la mezcla de asfalto–hule de llanta 15%, A-HL15, tiene una TA de 70°C, la mezcla de asfalto-hule 15%-polímero 1%, A-HL15-SB1, tiene una TA de 81, podemos comparar con A-SB2 y asfalto solito la diferencia de TA, por lo que A-HL15 y A-HL15-SB1 presenta una gran ventaja. Por otra parte la mezcla de asfalto-hule 15%-polímero 2%, A-HL15-SB2, tiene una TA de 82, con una magra ganancia de 1°C respecto a A-HL15-SB1 por lo que no valdría la pena aumentar en 100% el contenido del polímero.

4.3 Prueba de Penetración.

4.3.1 A-SB

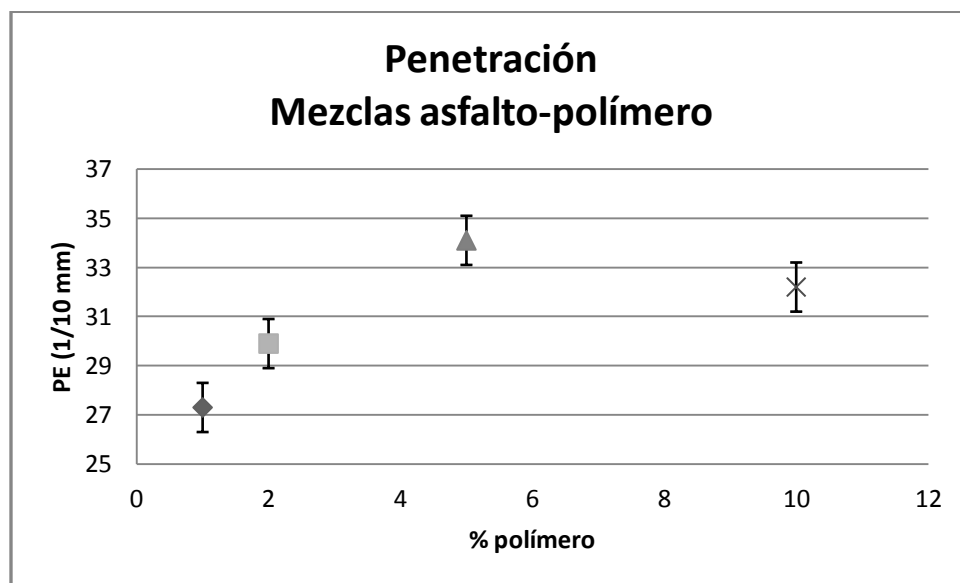
En la tabla 12 se presenta la penetración (PE) de cinco muestras: una (AC 20) de asfalto solo y cuatro de asfalto modificado con diferentes cantidades de polímero (A-SB1, A-SB2, A-SB5 y A-SB10).

Tabla 12. Penetración en mezclas asfalto- polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	PE dmm
AC 20	0	0	43
A-SB1	0	1	27
A-SB2	0	2	30
A-SB5	0	5	34
A-SB10	0	10	32

Los resultados que se muestran en esta tabla indican que la incorporación del polímero en el asfalto produce materiales con mayor resistencia termo-mecánica que el asfalto.

En la gráfica 4 se presentan estos mismos resultados y en ella se ve que la penetración es menor con 1% de polímero (SB).



Gráfica 4. Penetración (dmm) vs composición de asfalto modificado con polímero

4.3.2 A-HL

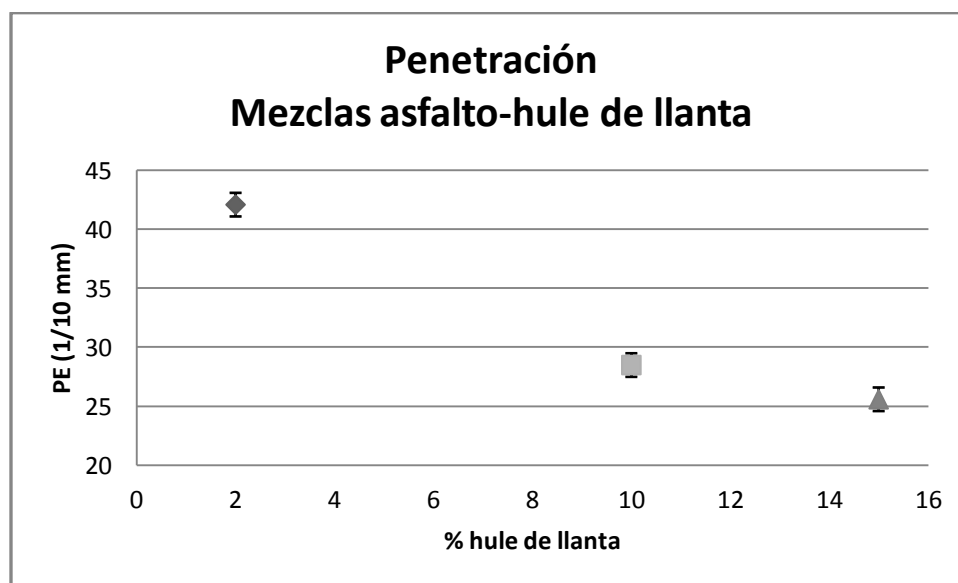
En la tabla 13 se presenta la penetración (PE) de cuatro muestras: una (AC 20) de asfalto solo y tres de asfalto modificado con diferentes cantidades de hule de llanta (A-HL2, A-HL10, y A-HL15).

Tabla 13. Penetración en mezclas asfalto-hule de llanta

	% Hule de llanta	% polímero	PE (dmm)
AC 20	0	0	43
A-HL2	2	0	42
A-HL10	10	0	29
A-HL15	15	0	26

Los resultados que se muestran en esta tabla indican que la incorporación del hule de llanta en el asfalto produce materiales con mayor resistencia termo-mecánica que el asfalto, y que, en el rango de concentraciones investigadas, el porcentaje de hule de llanta incrementa la resistencia del asfalto modificado.

En la gráfica 5 se presentan estos mismos resultados y en ella se ve que la disminución de PE es proporcional al % de hule de llanta



Gráfica 5. Penetración (dmm) vs. Composición de asfalto modificado con hule de llanta

4.3.3 A-HL-SB

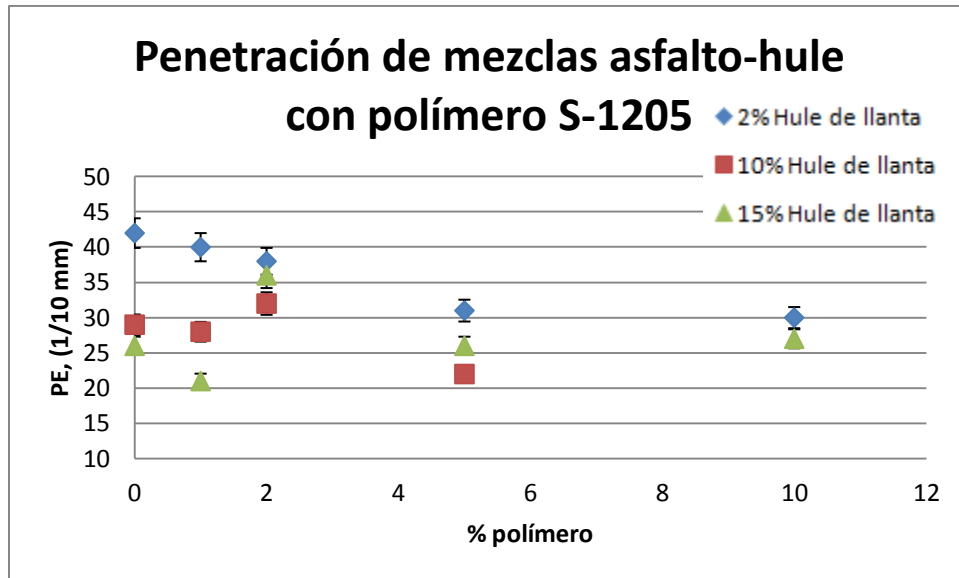
En la tabla 14 se presenta la penetración (PE) de 15 muestras: tres de asfalto-hule (A-HL2, A-HL10 Y A-HL15) y doce de asfalto-hule-polímero.

Tabla 14. Penetración en mezclas asfalto-hule de llanta-polímero

	% Hule de llanta	% polímero	PE
A-HL2	2	0	42
A-HL2-SB1	2	1	40
A-HL2-SB2	2	2	38
A-HL2-SB5	2	5	31
A-HL2-SB10	2	10	30
A-HL10	10	0	29
A-HL10-SB1	10	1	28
A-HL10-SB2	10	2	32
A-HL10-SB5	10	5	22
A-HL15	15	0	26
A-HL15-SB1	15	1	21
A-HL15-SB2	15	2	36
A-HL15-SB5	15	5	26
A-HL15-SB10	15	10	27

Los resultados que se muestran en esta tabla indican que la incorporación de polímero (SB) a las mezclas asfalto-polímero mejora las propiedades termo-mecánicas de las mezclas.

En la gráfica 6 se presentan estos mismos resultados



Gráfica 6. Penetración de Mezclas Asfalto-Hule-Polímero S 1205, dmm.

De los resultados de penetración aquí presentados, reunidos en la Gráfica 6, se puede ver que la penetración disminuye al agregar hule de llanta al asfalto, y posteriormente al agregar polímero a esas mezclas, la penetración disminuye aún más. Se puede notar que desde el punto de vista de la incorporación máxima de hule, conjugado con la disminución de la penetración, lo más conveniente sería emplear una mezcla de asfalto-15% m/m hule de llanta- 1% polímero solprene 1205 el cual presenta una penetración de 21 dmm.

4.4 PRUEBA DE SEGREGACIÓN

4.4.1 TEMPERATURA DE ABLANDAMIENTO

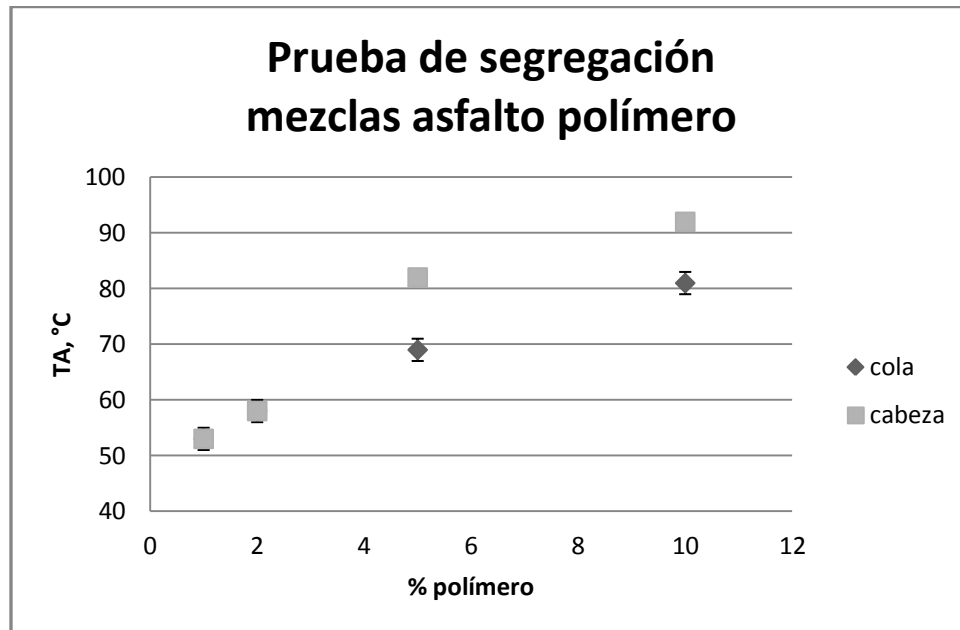
4.4.1.1 A-SB

En la tabla 15 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) del segmento superior (cabeza) y del segmento inferior (cola) de asfalto modificado con diferentes cantidades de polímero (A-SB1, A-SB2, A-SB5 y A-SB10)

Tabla 15. Prueba de segregación, mezclas asfalto-polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	TA cola	TA cabeza	TA muestra
A-SB1	0	1	53	53	54
A-SB2	0	2	58	58	57
A-SB5	0	5	69	82	64
A-SB10	0	10	81	92	81

En la gráfica 7 se presentan estos mismos resultados



Gráfica 7. Prueba de segregación, mezclas asfalto-polímero Solprene 1205

La determinación de la temperatura de ablandamiento aplicada a la prueba de segregación, en el caso de las modificaciones de asfalto con el polímero solprene 1205 revela que en el caso de las modificaciones con 1 y 2% m/m, mezclas A-SB1 y A-SB2, existe gran estabilidad y después de 24 horas de almacenamiento sin agitación, no se presenta separación de fases, mientras que para concentraciones mayores, 5 y 10% m/m, mezclas A-SB5 y A-SB10 es evidente la separación de dos fases.

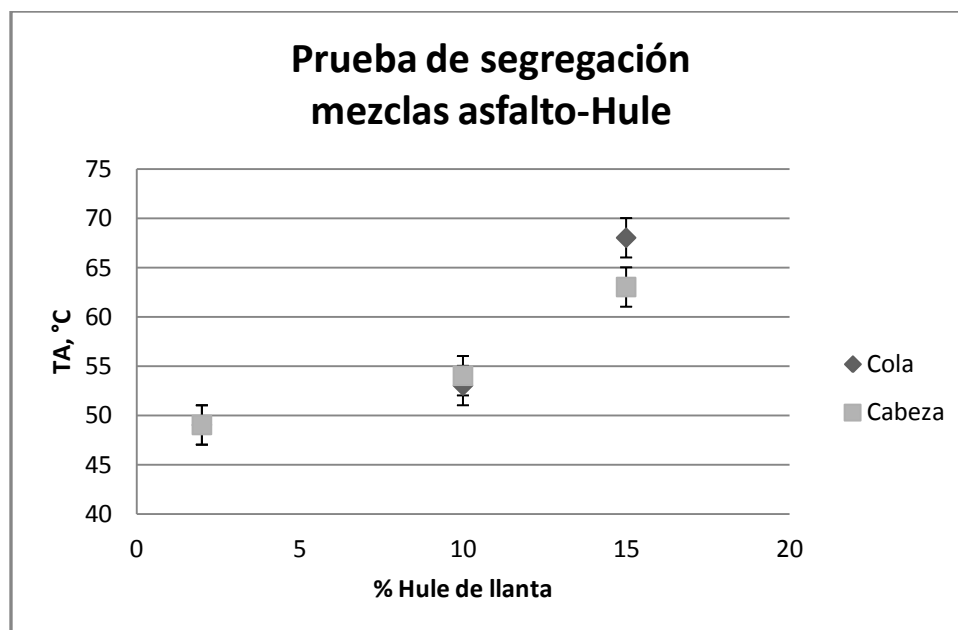
4.4.1.2 A-HL

En la tabla 16 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) del segmento superior (cabeza) y del segmento inferior (cola) de asfalto modificado con diferentes cantidades de hule de llanta (A-HL2, A-HL10 Y A-HL15)

Tabla 16. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta

	% Hule de llanta	% polímero	TA cola	TA cabeza	TA muestra
A-HL2	2	0	49	49	50
A-HL10	10	0	53	54	63
A-HL15	15	0	68	63	70

En la gráfica 8 se presentas estos mismos resultados.



Gráfica 8. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta

Como se puede observar, no existe segregación en las muestras A-HL2 y A-HL10, es decir que al almacenarse sin agitación, no habrá migración de especies y en consecuencia no habrá formación de dos fases.

Para el A-HL15, hay que mencionar que el error experimental asociado a esta prueba, con base en la norma ASTM D36, es de $\pm 2.0^{\circ}\text{C}$, por lo que en el caso de las TA para A-HL15, reportadas como intervalo, se tendrá: cola 66- 70 y cabeza 61-65. Existiendo una diferencia de 1 grado entre los extremos de ambos intervalos, por lo que podemos afirmar que en una mezcla de asfalto-15% m/m hule de llanta, existe una ligera separación de fases bajo condiciones de almacenamiento estático.

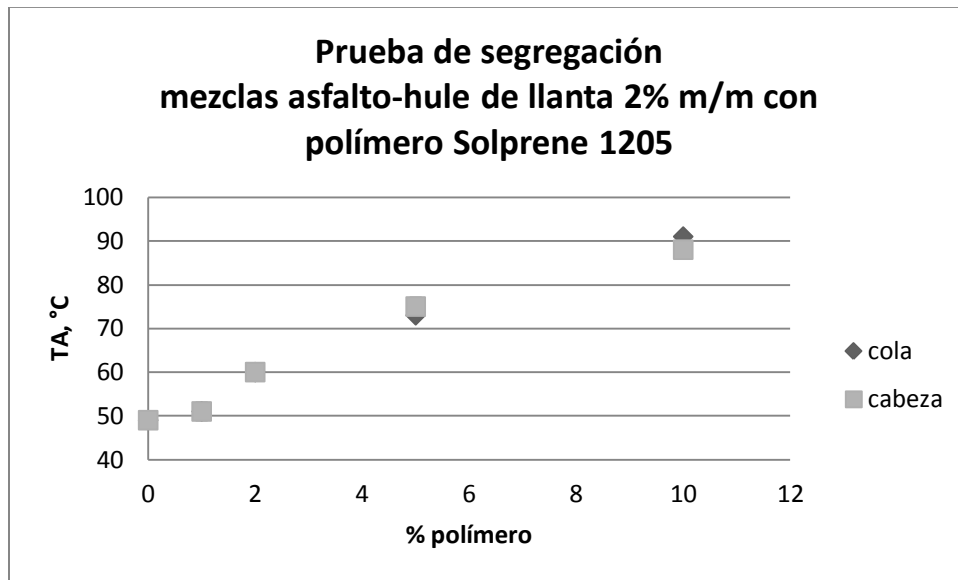
4.4.1.3 A-HL-SB

En la tabla 17 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) del segmento superior (cabeza) y del segmento inferior (cola) de cinco muestras: una de asfalto-2% hule de llanta (A-HL2) y cuatro de asfalto modificado con 2% de hule de llanta-polímero (A-HL2-SB1, A-HL2-SB2, A-HL2-SB5 y A-HL2-SB10)

Tabla 17. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 2% m/m con polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	TA cola	TA cabeza	TA Muestra
A-HL2	2	0	49	49	50
A-HL2-SB1	2	1	51	51	55
A-HL2-SB2	2	2	60	60	61
A-HL2-SB5	2	5	73	75	72
A-HL2-SB10	2	10	91	88	84

En la gráfica 9 se presentan estos mismos resultados.



Gráfica 9. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 2% m/m con polímero Solprene 1205

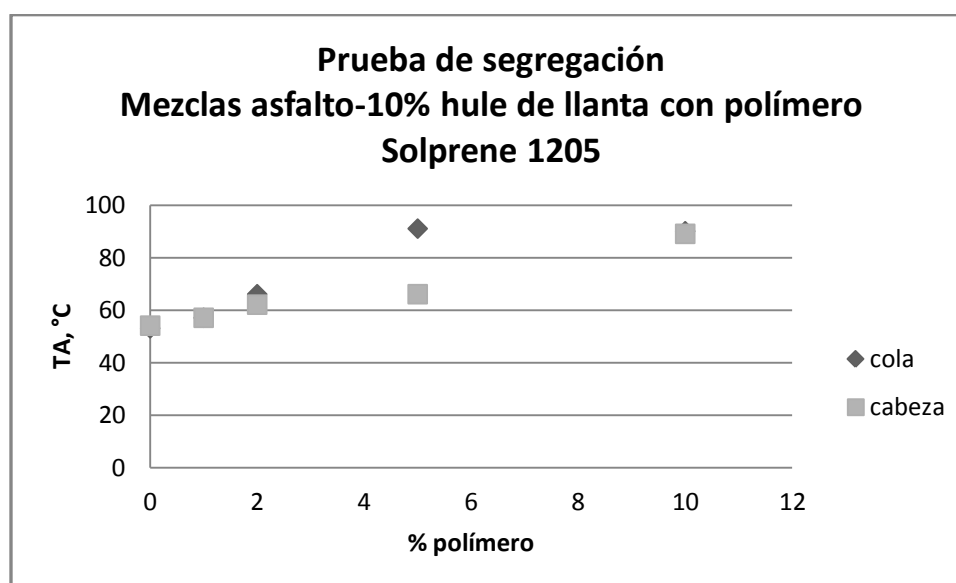
Las mezclas asfalto-2% m/m hule de llanta con polímero no presentarán segregación, de acuerdo a los resultados de temperatura de ablandamiento, ya que en el caso de las muestras A-HL2-SB5 y A-HL2-SB10, el criterio de $\pm 2^\circ\text{C}$ para el error estándar de la prueba indica que los intervalos de TA para cola y cabeza se traslapan, en ambas mezclas.

En la tabla 18 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) del segmento superior (cabeza) y del segmento inferior (cola) de cuatro muestras: una de asfalto-10% hule de llanta (A-HL10) y tres de asfalto modificado con 10% de hule de llanta-polímero (A-HL10-SB1, A-HL10-SB2 y A-HL10-SB10)

Tabla 18. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 10% m/m con polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	TA cola	TA cabeza	TA muestra
A-HL10	10	0	53	54	63
A-HL10-SB1	10	1	57	57	61
A-HL10-SB2	10	2	66	62	65
A-HL10-SB5	10	5	88	75	91
A-HL10-SB10	10	10	90	89	94

En la gráfica 10 se presentan estos mismos resultados.



Gráfica 10. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 10% m/m con polímero Solprene 1205

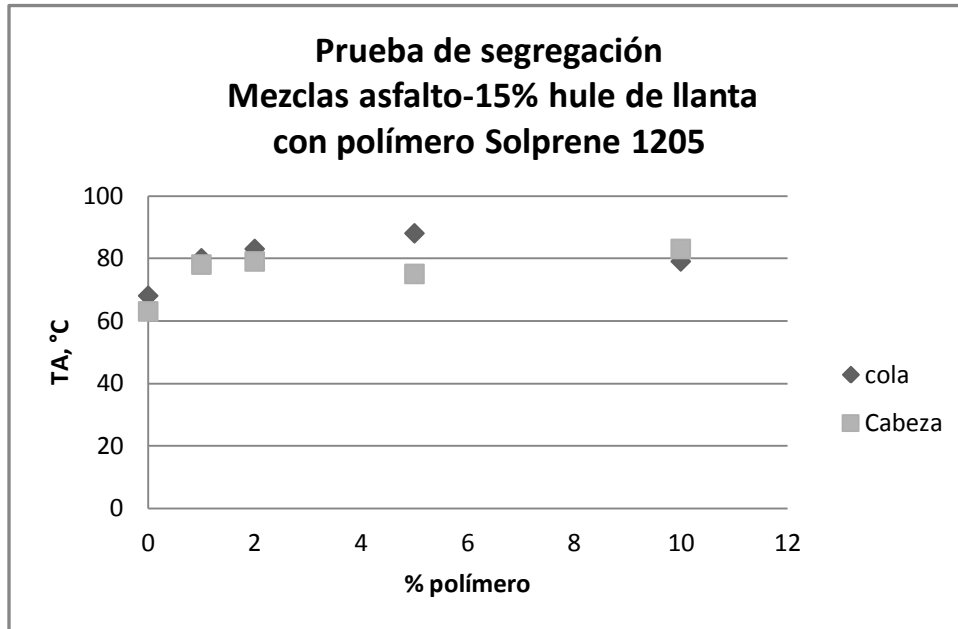
Las mezclas de asfalto-10% hule de llanta-polímero examinadas por segregación dan por resultado que no se presenta segregación, ya que en los casos que hay diferencias en la TA de cabeza y cola, estas no son sustanciales más allá del criterio de error estándar $\pm 2^{\circ}\text{C}$, por lo que se concluye que son estables bajo condiciones de almacenamiento.

En la tabla 19 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) del segmento superior (cabeza) y del segmento inferior (cola) de cinco muestras: una de asfalto-15% hule de llanta (A-HL15) y cuatro de asfalto modificado con 15% de hule de llanta-polímero (A-HL15-SB1, A-HL15-SB2, A-HL15-SB5 y A-HL15-SB10)

Tabla 19. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 15% m/m con polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	TA cola	TA cabeza	TA muestra
A-H15	15	0	68	63	70
A-HL15-SB1	15	1	80	78	81
A-HL15-SB2	15	2	83	79	82
A-HL15-SB5	15	5	88	75	91
A-H15-SB10	15	10	79	83	96

En la gráfica 11 se presentas estos mismos resultados.



Gráfica 11. Prueba de segregación, mezclas asfalto-hule de llanta 15% m/m con polímero Solprene 1205

El resultado de las TA en las pruebas de segregación para las muestras de asfalto-15% m/m hule de llanta con polímero, y una vez que consideramos el criterio del $\pm 2^{\circ}\text{C}$ para el error estándar nos permite afirmar que no se presentará separación de fases al permanecer en almacenamiento estas mezclas.

4.5 INDICE DE PENETRACIÓN

El índice de penetración es un parámetro adimensional que proviene de una función linealizada que relaciona los resultados de las pruebas de determinación de temperatura de ablandamiento (método bola y anillo) y penetración. Establece criterios para estimar la susceptibilidad térmica del material asfáltico.

El IP se calcula con la siguiente formula:

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

$$A = \frac{\log\left(\frac{800}{PEN_{25}}\right)}{TA - 25}$$

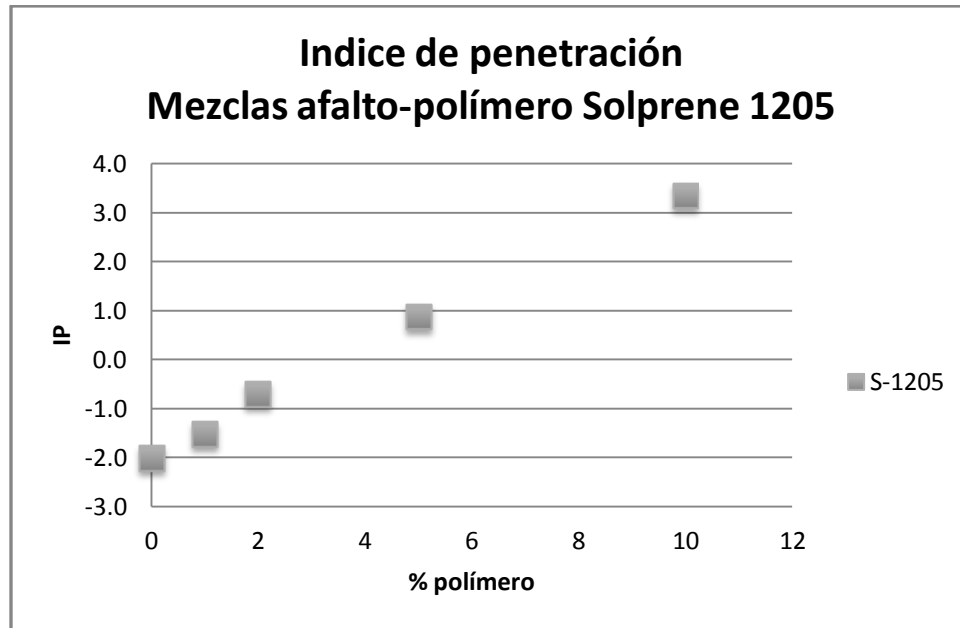
4.5.1 A-SB

En la tabla 20 se presenta la el índice de penetración de cinco muestras: una de asfalto solo y cuatro muestras de asfalto modificado con polímero (A-SB1, A-SB2, A-SB5 y A-SB10)

Tabla 20. Índice de penetración de mezclas asfalto-polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	IP
AC 20	0	0	-2
A-SB1	0	1	-1.5
A-SB2	0	2	-0.7
A-SB5	0	5	0.9
A-SB10	0	10	3.3

En la grafica 12 se presentan estos mismos resutados.



Gráfica 12. Índice de penetración de mezclas asfalto-polímero Solprene 1205

Aplicando los criterios para la interpretación de los índices de penetración (tabla 6) a las mezclas de asfalto con el polímero solprene 1205, vemos que la mezcla con 1% de polímero, A-SB1, es muy susceptible a la temperatura y será algo viscosa, mientras que las muestras con 2 y 5% de polímero, A-SB2 y A-SB5, pertenecen al grupo de mezclas de asfalto mayoritariamente empleadas en construcción de cintas asfálticas, y una mezcla de asfalto con relativamente excesivo polímero, tal como la mezcla A-SB10, será una mezcla con poca susceptibilidad térmica y tendrá características sobresalientes de elasticidad.

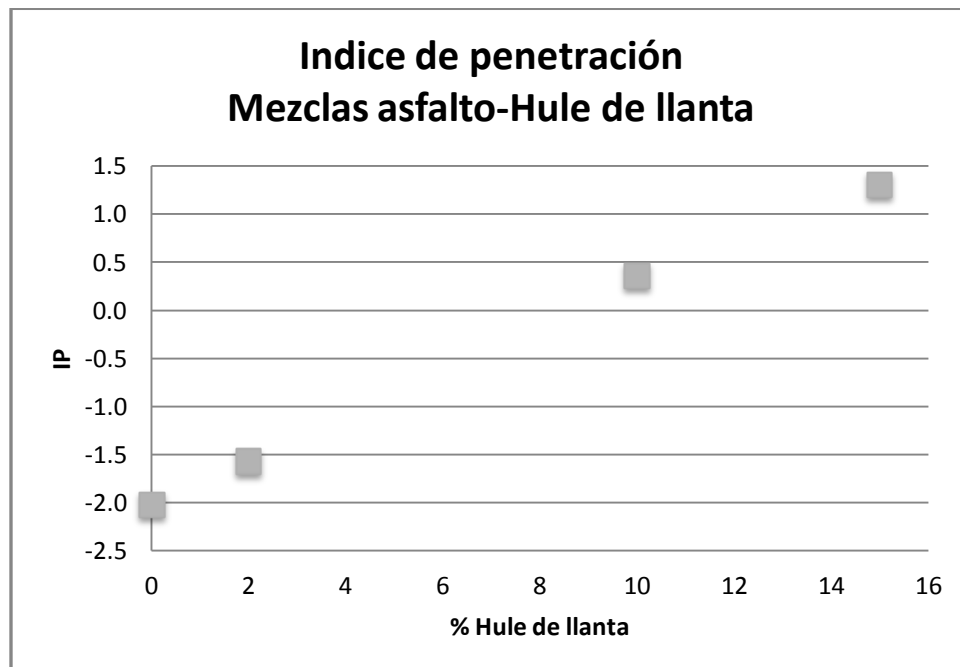
4.5.2 A-HL

En la tabla 21 se presenta la el índice de penetración de cuatro muestras: una de asfalto solo y tres de asfalto modificado con hule de llanta (A-HL2, A-HL10, y A-HL15)

Tabla 21. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta

	% Hule de llanta	% polímero	IP
AC 20	0	0	-2
A-HL2	2	0	-1.6
A-HL10	10	0	0.4
A-HL15	15	0	1.3

En la grafica 13 se presentan estos mismos resultados



Gráfica 13. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta

Tomando como referencia los criterios establecidos en la tabla 6, podemos establecer que el AC20 con índice de penetración, IP de -2, que es menor que -1, se puede considerar como un material que tiene (exhibe) una considerable susceptibilidad térmica y con un comportamiento viscoso. A medida que se agrega e incrementa la concentración de hule de llanta, las mezclas resultantes tienen un comportamiento que arroja un IP cada vez más positivo, y así la mezcla A-HL10, con una IP de 0.4, se encuentra entre -1 y +1, por lo que se considera que pertenece al grupo de la mayoría de las mezclas asfálticas (3). Una concentración relativamente alta de hule de llanta, como en el caso de A-HL15, da como resultado mezclas con poca susceptibilidad a la temperatura, y las mezclas presentan características elásticas notables.

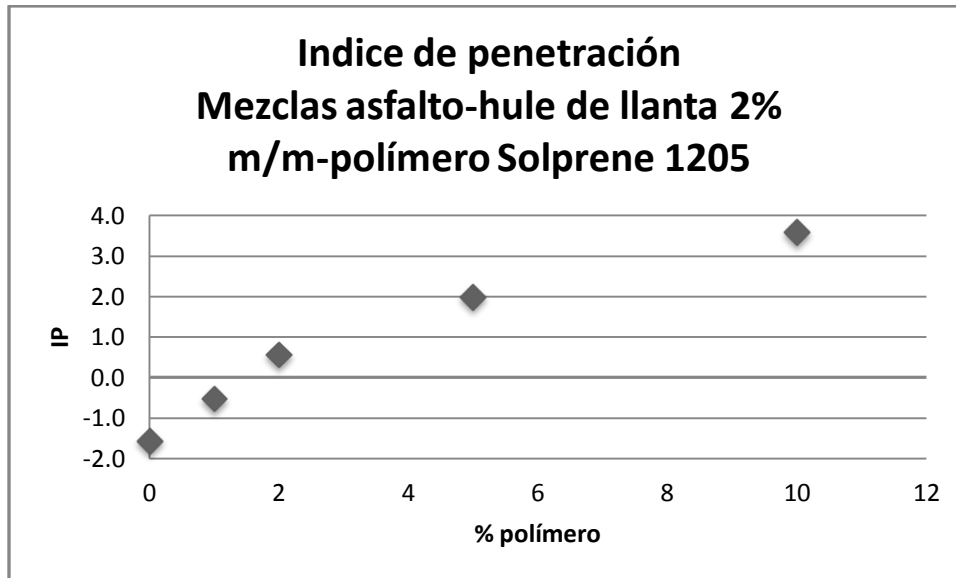
4.5.3 A-HL-SB

En la tabla 22 se presenta la el índice de penetración de cinco muestras: una de asfalto-2 % hule de llanta y cuatro de asfalto-2%hule de llanta-polímero (A-HL2-SB1, A-HL2-SB2, A-HL2-SB5 y A-HL2-SB10)

Tabla 22. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 2% m/m-polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	IP
A-HL2	2	0	-1.6
A-HL2-SB1	2	1	-0.5
A-HL2-SB2	2	2	0.6
A-HL2-SB5	2	5	2.0
A-HL2-SB10	2	10	3.6

En la grafica 14 se presentan estos mismos resultados



Gráfica 14. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 2% m/m-polímero Solprene 1205

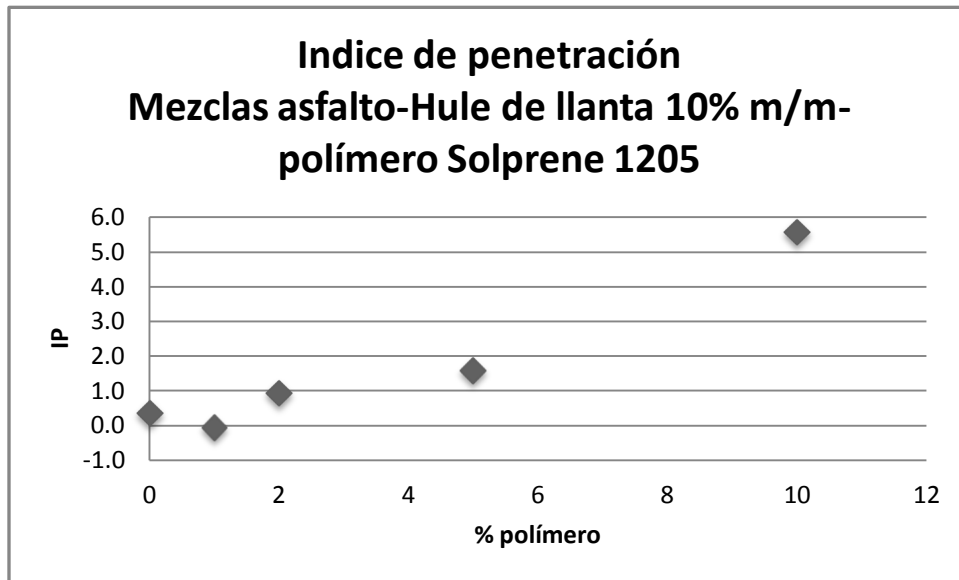
En el caso de las mezclas asfalto-2%hule de llanta con polímero solprene 1205, podemos observar que de acuerdo al índice de penetración, las mezclas A-HL2-SB1 y A-HL2-SB2 se encuentran en el grupo de las formulaciones de asfalto mayoritariamente empleadas y que tienen una susceptibilidad térmica intermedia, por lo tanto podrían ser empleadas en la aplicación de carpetas de rodamiento. Las mezclas A-HL2-SB5 y A-HL2-SB10 son mezclas con poca susceptibilidad a la temperatura y de comportamiento elástico.

En la tabla 23 se presenta la el índice de penetración de cinco muestras: una de asfalto-10 % hule de llanta y cuatro de asfalto-10%hule de llanta-polímero (A-HL10-SB1, A-HL10-SB2, A-HL10-SB5 y A-HL10-SB10)

Tabla 23. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 10% m/m-polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	IP
A-HL10	10	0	0.4
A-HL10-SB1	10	1	-0.1
A-HL10-SB2	10	2	0.9
A-HL10-SB5	10	5	1.6
A-HL10-SB10	10	10	5.6

En la gráfica 15 se presentan estos mismos resultados



Gráfica 15. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 10% m/m-polímero Solprene 1205

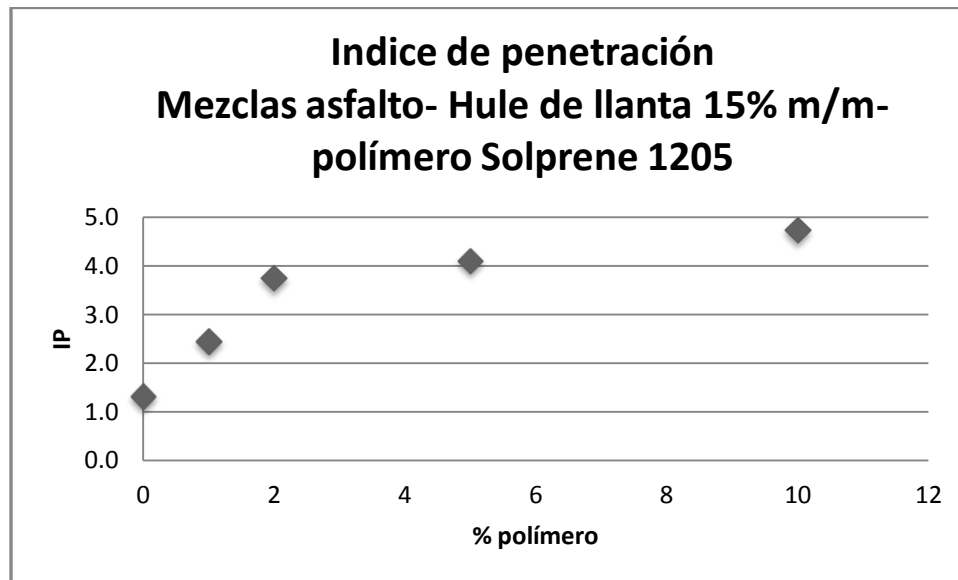
En el caso de las mezclas asfalto-10%hule de llanta con polímero solprene 1205, podemos observar que de acuerdo al índice de penetración, las mezclas A-HL10-SB1 y A-H10-SB2 se encuentran en el grupo de las formulaciones de asfalto mayoritariamente empleadas y que tienen una susceptibilidad térmica intermedia, de ahí la posibilidad de uso en carpetas asfálticas. Las mezclas A-HL10-SB5 y A-HL10-SB10 son mezclas con poca susceptibilidad a la temperatura y de comportamiento elástico.

En la tabla 24 se presenta la el índice de penetración de cinco muestras: una de asfalto-15 % hule de llanta y cuatro de asfalto-15%hule de llanta-polímero (A-HL15-SB1, A-HL15-SB2, A-HL15-SB5 y A-HL15-SB10)

Tabla 24. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 15% m/m-polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	IP
H15	15	0	1.3
H15S1	15	1	2.4
H15S2	15	2	3.8
H15S5	15	5	4.1
H15S10	15	10	4.7

En la gráfica 16 se presentan estos mismos resultados



Gráfica 16. Índice de penetración de mezclas asfalto-Hule de llanta 15% m/m-polímero Solprene 1205

Al examinar los índices de penetración de las mezclas asfalto-15% hule de llanta, podemos ver que todas estas mezclas poseen características muy elásticas y son poco susceptibles a la temperatura. La mezclas A-HL15-SB1 tiene un índice de penetración más cercano al intervalo de valores de IP que presentan las mezclas de asfalto con susceptibilidad térmica intermedia y de de amplio uso.

CAPITULO 5. CONCLUSIONES

El hule empleado en el presente trabajo es un hule de llanta de composición típica que se hincha al ser mezclado con el asfalto. Es posible usar microscopía de fluorescencia para identificar la morfología superficial de las mezclas, ya que el hule presenta fluorescencia bajo la luz ultravioleta, aunque la intensidad de la fluorescencia se ve afectada por la presencia de negro de humo en la composición del hule. Este último efecto dificulta apreciar en detalle la distribución del asfalto, del hule hinchado con maltenos, y del polímero hinchado con maltenos ya que el polímero presenta una intensidad de fluorescencia mucho mayor que el hule, debido al menor contraste entre asfalto y hule frente al contraste entre asfalto y polímero puede no ser fácil distinguir la fase de asfalto de la fase de hule hinchado-ambas se verán oscuras- debido al enmascaramiento por alta intensidad de la fluorescencia del polímero hinchado.

La microscopía de fluorescencia sugiere la presencia de hasta tres fases en mezclas asfalto-hule de llanta-polímero: asfalto, hule de llanta hinchado y polímero hinchado.

Las mezclas de asfalto-hule de llanta en los niveles estudiados, 2, 10 y 15%*m/m* de hule de llanta, podrían ser empleadas en la aplicación de carpetas vehiculares, sin embargo, las mezclas de 15% que son poco susceptibles a la temperatura y relativamente muy elásticas (valores de $IP > 1$), pueden presentar ligera inestabilidad cuando se almacenan en condiciones estáticas, presentándose una ligera separación de fases, por lo que será recomendable en estos casos la agitación previa, remezclado, del material inmediatamente antes de su procesamiento de mezclado con el agregado pétreo (agregado árido).

Las mezclas efectuadas con asfalto y polímero, sin hule, demuestran que a concentraciones altas (10%*m/m* SB) se presentará una inversión de fases en la cual el asfalto permanecerá como una fase dispersa en una fase continua de polímero hinchado (fig. 22). Igual que en el caso de las mezclas de asfalto con hule de llanta (gráfica 2), en las mezclas de asfalto-polímero la temperatura de

ablandamiento aumenta proporcionalmente al aumentar la proporción de polímero (gráfica 1). Es de hacer notar que a partir de los datos de TA, que una mezcla de asfalto conteniendo un 10% de hule equivale a otra mezcla de asfalto conteniendo 5% de polímero, mientras que una mezcla de asfalto conteniendo 15% de hule equivale una mezcla de asfalto con 6.6% de polímero, aunque únicamente desde el punto de vista de los valores de TA.

Las modificaciones con 15% de hule de llanta-polímero tienen las TA's más altas (Tabla 11). La mezcla A-HL15-SB10 alcanza una TA de 96°C que es el doble de la TA del asfalto solo.

La modificación comercial de asfalto con 2% de polímero SBR, presenta una TA de 57°C (Tabla 9), mientras que el asfalto AC20 sin modificar tiene una TA de 48°C. Al mezclar asfalto con hule de llanta, desde luego nos interesa incorporar la mayor cantidad de hule de llanta, siempre y cuando cumpla con los requerimientos termo-mecánicos para un buen desempeño del material aplicado a carpeta asfáltica. Por lo que podemos notar que la mezcla de asfalto –hule de llanta 15%, A-HL15, tiene una TA de 70°C (Tabla 11), y la mezcla de asfalto-hule 15%-polímero 1%, A- HL15-SB1, tiene una TA de 81°C.

La penetración disminuye linealmente al agregar hule de llanta al asfalto (gráfica 5), y posteriormente al agregar polímero a esas mezclas, la penetración disminuye aún más (gráfica 6). En las mezclas de hule al 15%*m/m*, el valor más bajo se presenta al agregar 1% de polímero (21 dmm). Desde el punto de vista de la incorporación máxima de hule triturado, conjugado con la disminución de la penetración, lo más conveniente sería emplear una mezcla de asfalto-15%*m/m* hule de llanta- 1% polímero solprene 1205. El polímero solprene tendrá el efecto adicional de eliminar los problemas de segregación por almacenamiento estático.

Bibliografía:

- (1) The American Society for Testing and Materials *Standard Terminology Relating to Materials for Roads and Pavements*. ASTM D 8, 1991
- (2) THE ASPHALT INSTITUTE. "Manual del asfalto". Velazquez Manuel (Traductor). Ediciones Urmo, 4ª reimpresión. España 1973
- (3) García Guzmán Gustavo. "Caracterización de asfaltos modificados con copolímeros tipo SB y SBS puros y parcialmente hidrogenados mediante índice de penetración y morfología" Tesis UNAM, facultad de química, 2008
- (4) Apáez Herrera Luis Alberto. "estudio del comportamiento termo-mecánico de asfaltos modelo modificados con un polímero lineal dibloque del tipo SB". Tesis UNAM, facultad de química, 2007
- (5) Vargas Zavala Aida Viridiana. "estudio de la modificación de asfalto con mezclas de copolímeros de estireno-butadieno". Tesis UNAM, facultad de química, 2003.
- (6) The American Society for Testing and Materials. *Standard Test Methods for Separation of Asphalt into Four Fractions*. ASTM D 4124, 1986
- (7) http://www.repsol.com/pe_es/productos_y_servicios/productos/peasfaltos/fisicoquimica/composicion/
- (8) Didier Lesueur. "The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification". *Advances in colloid and interface Science* 145 (2009) 42-82
- (9) "Estudio de las mejoras mecánicas de mezclas asfálticas con desechos de llantas". Universidad de los Andes. Bogotá, Septiembre de 2002
- (10) Cárdenas Jaleydi y Fonseca Elsa. "Modelación del comportamiento reológico de asfalto convencional y modificado con polímero reciclado, estudiada desde la relación viscosidad-temperatura". *Revista EIA*, Número 12, p. 125-137, diciembre 2009
- (11) <http://prensaespecializada.blogspot.mx/2012/06/el-problema-de-los-baches-en-el-barrio.html>
- (12) <http://vialidadyaccesibilidadencumana.blogspot.mx/2011/06/volcamiento-de-autobus-de-expresos-del.html>

- (13) <http://www.asfaltogravayterraceras.com.mx/Servicios/Pavimentos/Fallas/tabid/1110/Default.aspx>
- (14) KOTZ, TREICHEL y WEAVER. "Química y reactividad química". Edit. THOMSON, 6ª edición
- (15) <http://www.eis.uva.es/~macromol/curso07-08/pp/Polimeros.htm>
- (16) W. BILLMEYER FRED, JR. "Ciencia de los polímeros". Edit. Reverté, España 1975. Reimpresión Octubre de 2004
- (17) <http://es.wikipedia.org/wiki/Pol%C3%ADmero>
- (18) <http://www.monografias.com/trabajos35/caucho-sbr/caucho-sbr.shtml>
- (19) Figueroa Infante Ana Sofía, Fonseca Santanilla Elsa Beatriz y Reyes Lizcano Fredy Alberto. "Caracterización fisicoquímica y morfológica de asfaltos modificados con material reciclado". Ing. Universidad Bogotá (Colombia), 13(1) 45-70, enero-junio 2009.
- (20) Ing. Castro Guillermo. "Materiales y compuestos para la industria del neumático". Departamento de Ingeniería Mecánica F.I. U. B.A. Diciembre 2008
- (21) <http://es.wikipedia.org/wiki/Vulcanizaci%C3%B3n>
- (22) http://www.aztlanvirtual.com/aztlan/nueva_aztlan/noticias/2008/08/los-olmecas-inventaron-el-proceso-de.html
- (23) http://www.lanamme.ucr.ac.cr/riv/index.php?option=com_content&view=article&id=260&Itemid=228
- (24) <http://www.tiendaverde.com.mx/reciclar-llantas/>
- (25) <http://www.quiminet.com/articulos/el-reciclado-de-neumaticos-fuera-de-uso-y-la-reutilizacion-de-caucho-36755.htm>
- (26) <http://celaya.olx.com.mx/caucho-reciclado-de-llanta-triturada-iiid-278196169>
- (27) Gutiérrez Carrillo Gina M. "Innovaciones Tecnológicas del uso de polímeros y hule molido como modificadores del asfalto en la construcción de caminos" Escuela Nacional de Estudios Profesionales "ACATLAN", 2000
- (28) Reynoso Delgado Francisco José. Pavimentos asfálticos modificados con Hule" Tesis UNAM, Facultad de ingeniería, 2008

- (29) "Ilantas usadas diagnóstico de la situación actual en el distrito federal".
Secretaría del medio ambiente, Gobierno del distrito federal, México 2002
- (30) The American Society for Testing and Materials *Standard test method for penetration of bituminous materials* ASTM D5, 1986.
- (31) The American Society for Testing and Materials. *Standard test method for softening point of bitumen (Ring and Ball Apparatus)*. ASTM D36, 1986.
- (32) The American Society for Testing and Materials *Standard Practice for Determining the Separation Tendency Polymer from Polymer Modified Asphalt* ASTM D7173, 2011

ANEXO I

MICROSCOPIA DE FLUORESCENCIA DE MUESTRAS A-HL-SB

A-HL2-SB5_20x

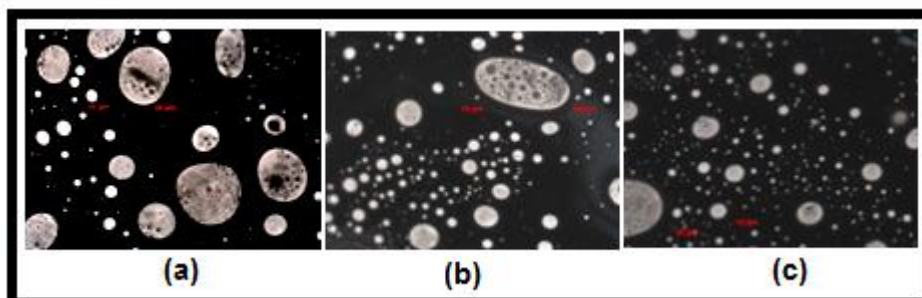


Fig. 1A. Imágenes de la mezcla de asfalto con hule 2%*m/m* y polímero 5%*m/m*

A-HL2-SB10_20x

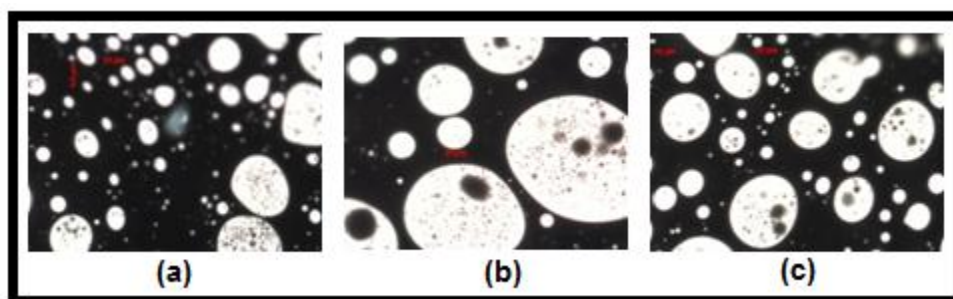


Fig. 2A. Imágenes de la mezcla de asfalto con hule 2%*m/m* y polímero 10%*m/m*

A-HL10-SB1_20x

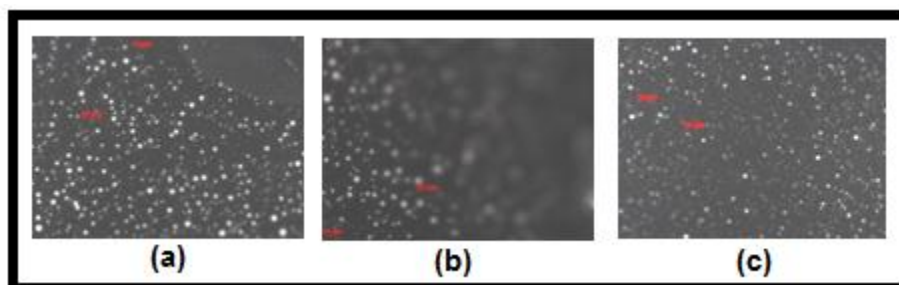


Fig. 3A. Imágenes de la mezcla de asfalto con hule 10%*m/m* y polímero 1%*m/m*

A-HL10-SB2_20x

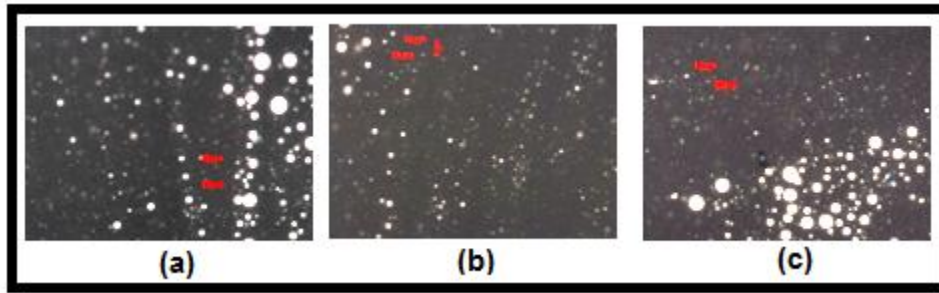


Fig. 4A. Imágenes de la mezcla de asfalto con hule 10% m/m y polímero 2% m/m

A-HL10-SB5_20x

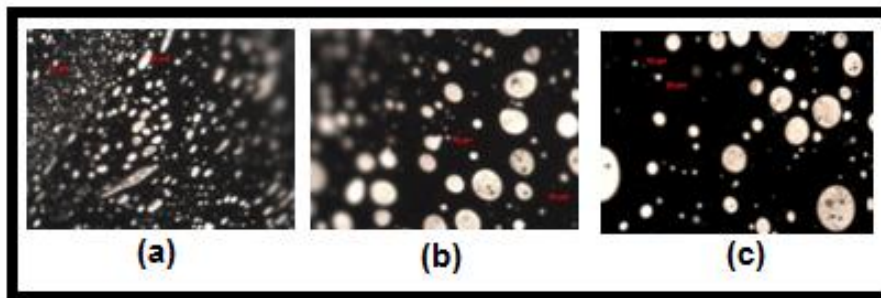


Fig. 5A. Imágenes de la mezcla de asfalto con hule 10% m/m y polímero 5% m/m

A-HL15-SB1_20x

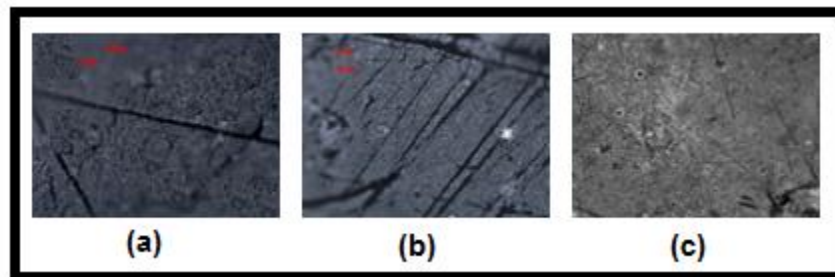


Fig. 6A. Imágenes de la mezcla de asfalto con hule 15% m/m y polímero 1% m/m

A-HL15-SB5_20x

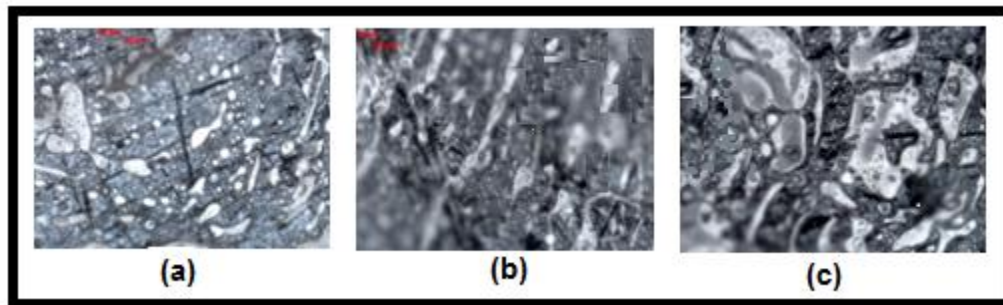


Fig. 7A. Imágenes de la mezcla de asfalto con hule 15%*m/m* y polímero 5%*m/m*

A-HL15-SB5_10x

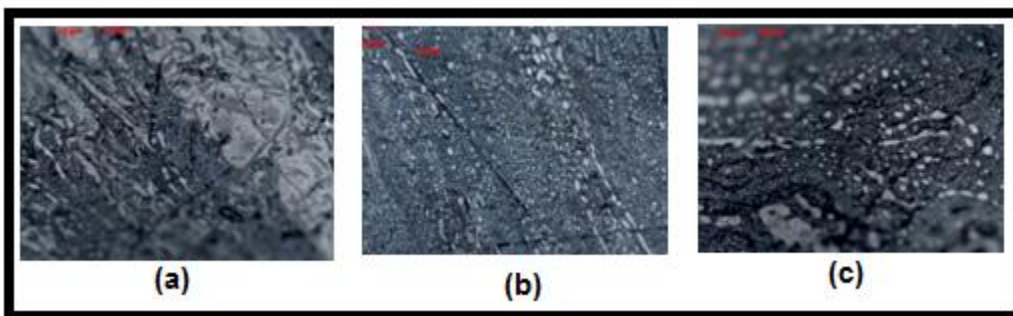


Fig. 8A. Imágenes de la mezcla de asfalto con hule 15%*m/m* y polímero 5%*m/m*, con lente de 10x

A-HL15-SB10_10x

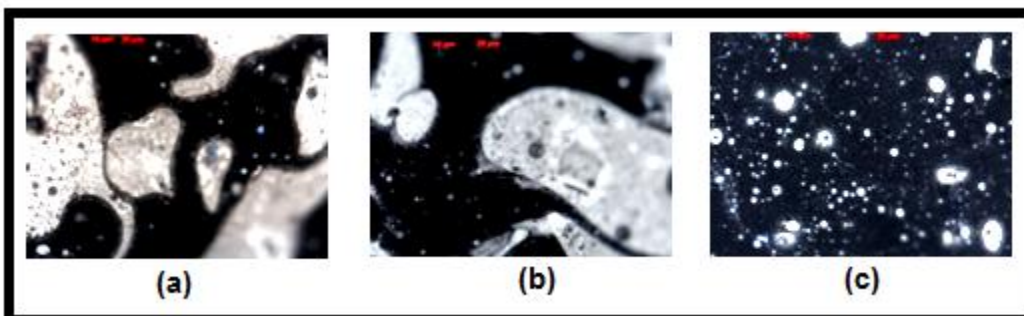


Fig. 9A. Imágenes de la mezcla de asfalto con hule 15%*m/m* y polímero 10%*m/m*, con lente de 10x

ANEXO II

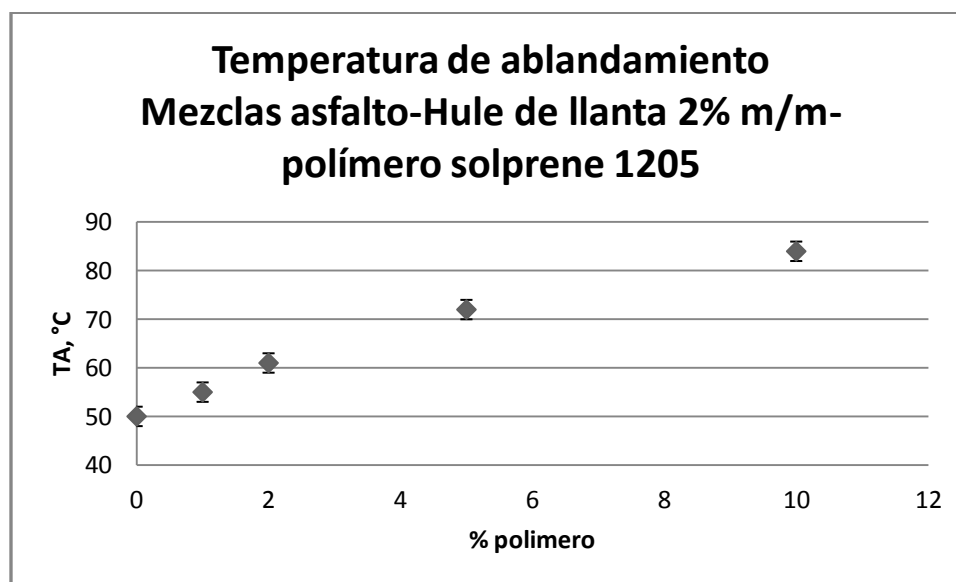
GRAFICAS INDIVIDUALES

TEMPERATURA DE ABLANDAMIENTO

A-HL2-SB

Tabla 1A. Temperatura de ablandamiento de mezclas asfalto-Hule de llanta 2% m/m-polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	TA
A-HL2	2	0	50
A-HL2-SB1	2	1	55
A-HL2-SB2	2	2	61
A-HL2-SB5	2	5	72
A-HL2-SB10	2	10	84

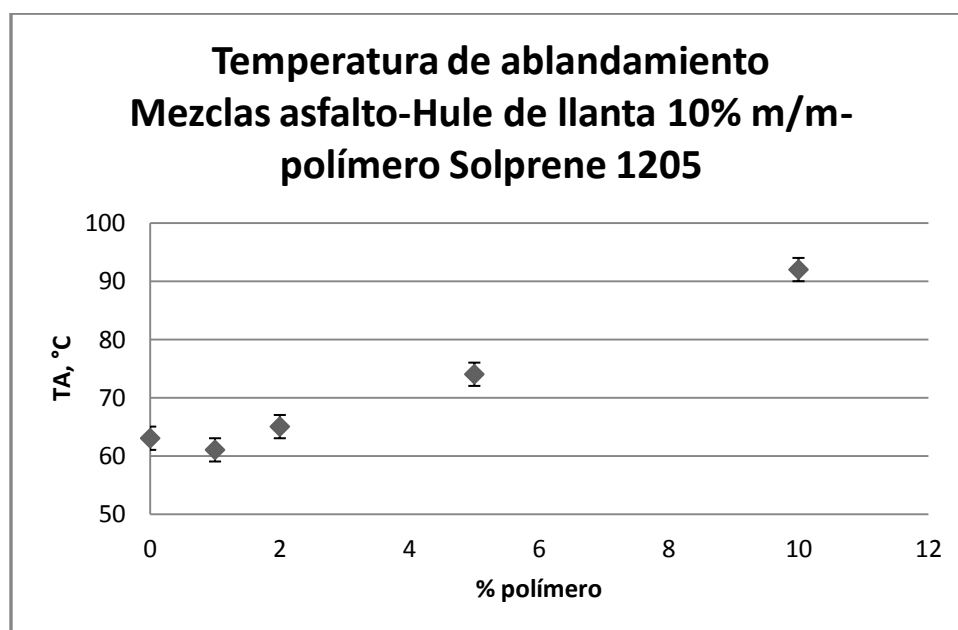


Gráfica 1A. Temperatura de ablandamiento de mezclas asfalto-Hule de llanta 2% m/m-polímero Solprene 1205

A-HL10-SB

Tabla 2A. Temperatura de ablandamiento de mezclas asfalto-Hule de llanta 10% m/m-polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	TA
A-HL10	10	0	63
A-HL10-SB1	10	1	61
A-HL10-SB2	10	2	65
A-HL10-SB5	10	5	74
A-HL10-SB10	10	10	92

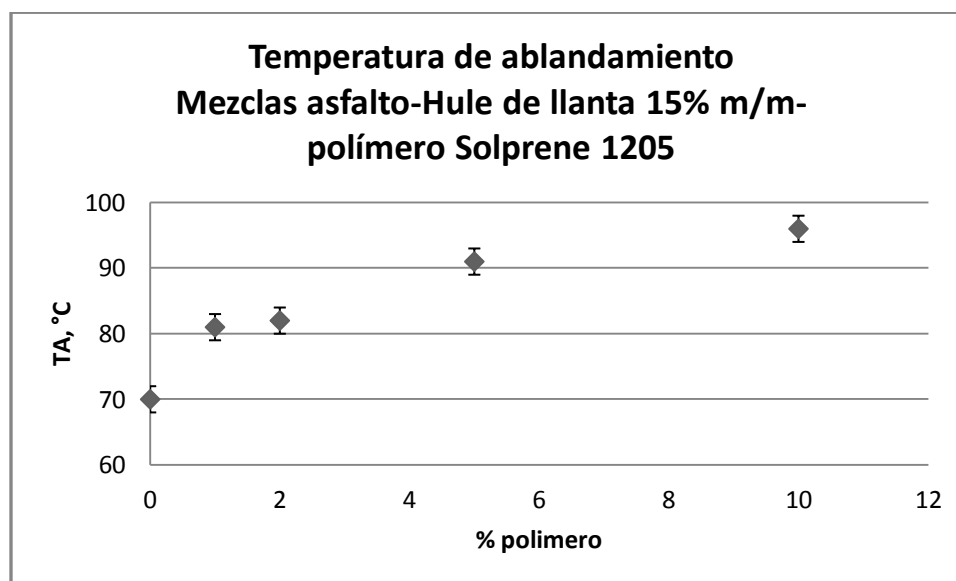


Gráfica 2A. Temperatura de ablandamiento de mezclas asfalto-Hule de llanta 10% m/m-polímero Solprene 1205

A-HL15-SB

Tabla 3A. Temperatura de ablandamiento de mezclas asfalto-Hule de llanta 15% m/m-polímero Solprene 1205

	% Hule de llanta	% polímero	TA
A-HL15	15	0	70
A-HL15-SB1	15	1	81
A-HL15-SB2	15	2	82
A-HL15-SB5	15	5	91
A-HL15-SB10	15	10	96



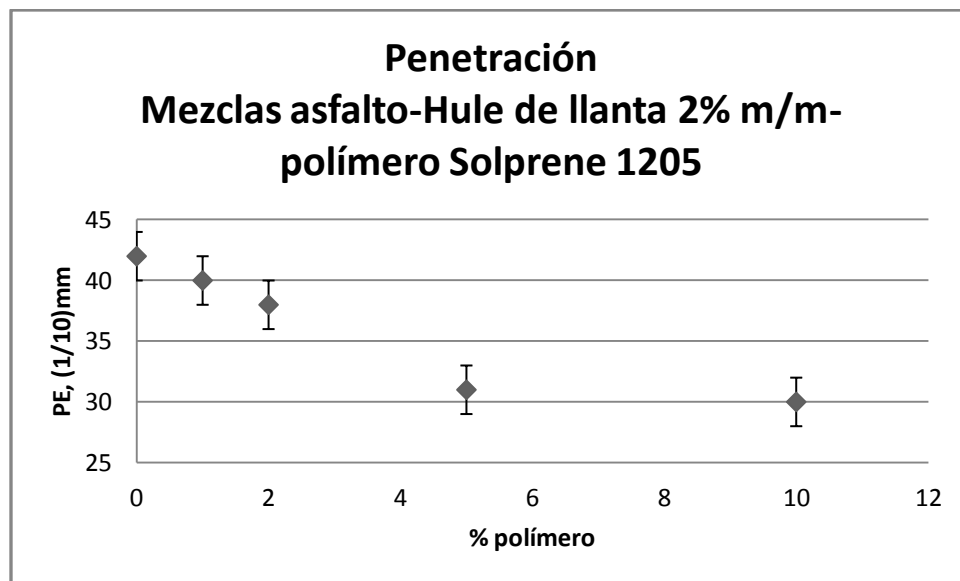
Gráfica 3A. Temperatura de ablandamiento de mezclas asfalto-Hule de llanta 15% m/m-polímero Solprene 1205

PRUEBA DE PENETRACIÓN

A-HL2-SB

Tabla 4A. Penetración para mezclas asfalto-2% hule de llanta-polímero

	% Hule de llanta	% polímero	PE
A-HL2	2	0	42
A-HL2-SB1	2	1	40
A-HL2-SB2	2	2	38
A-HL2-SB5	2	5	31
A-HL2-SB10	2	10	30

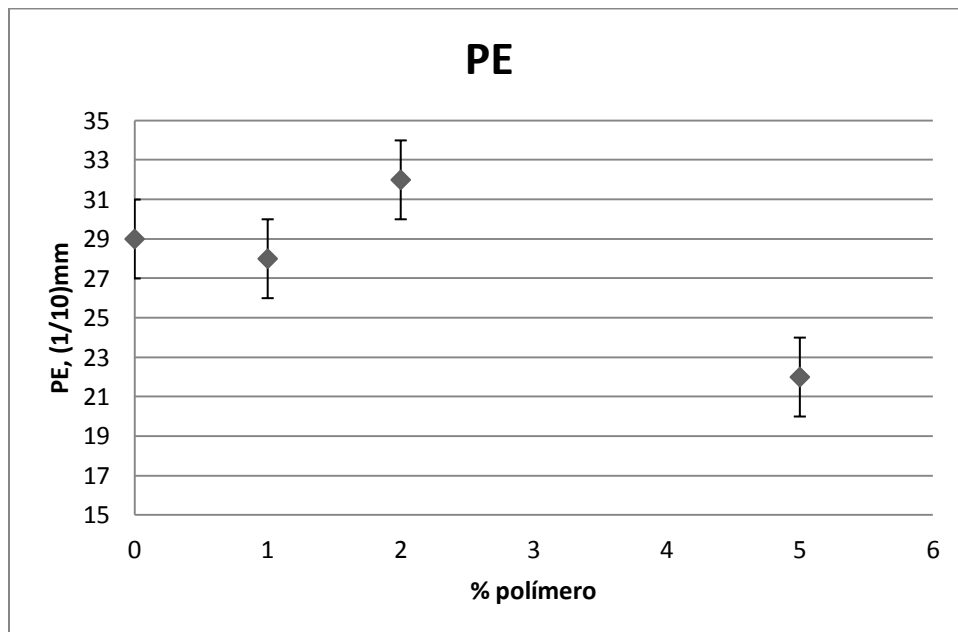


Gráfica 4A. Penetración para mezclas asfalto-2% hule de llanta-polímero

A-HL10-SB

Tabla 5A. Penetración para mezclas asfalto-10% hule de llanta-polímero

	% Hule de llanta	% polímero	PE
A-HL10	10	0	29
A-HL10-SB1	10	1	28
A-HL10-SB2	10	2	32
A-HL10-SB5	10	5	22

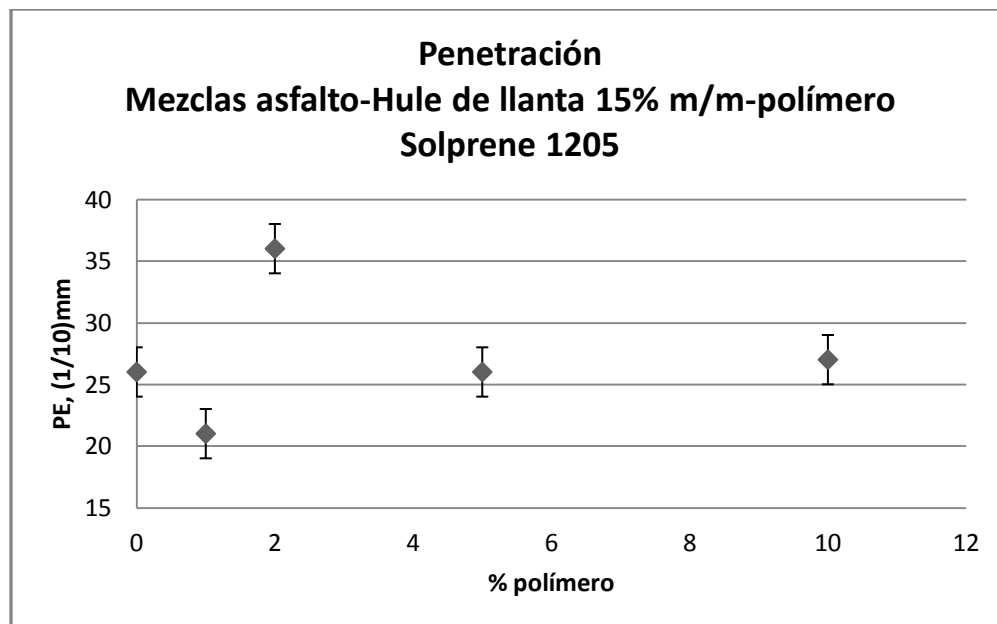


Gráfica 5A. Penetración para mezclas asfalto-10% hule de llanta-polímero

A-HL15-SB

Tabla 6A. Penetración para mezclas asfalto-15% hule de llanta-polímero

	% Hule de llanta	% polímero	PE
A-HL15	15	0	26
A-HL15-SB1	15	1	21
A-HL15-SB2	15	2	36
A-HL15-SB5	15	5	26
A-HL15-SB10	15	10	27



Gráfica 6A. Penetración para mezclas asfalto-15% hule de llanta-polímero

ANEXO III

Precios de Materias Primas

	Precio/ton
Asfalto	\$ 9 600
SBS	\$ 43 200
Hule de llanta	\$ 3000

Solprene[®] 1205

DESCRIPCIÓN:

Solprene1205 es un copolímero de estireno-butadieno lineal, que tiene un contenido total de 25% de estireno del cual el 17.5% se presenta como bloque de poliestireno y el resto está en forma aleatoria.

Tiene un sistema de antioxidantes no manchante, aprobado por la FDA para uso en aplicaciones en contacto con alimentos y esencialmente es libre de gel con un color muy claro.

Solprene 1205 es un modificador excelente para asfalto, para formulaciones de relleno de juntas de expansión y selladores, también es un auxiliar de proceso excelente para la mayor parte de los polímeros, proporcionando una resistencia buena a baja temperatura. Se usa en artículos moldeados por extrusión, suelas y tacones de calzado. También puede usarse como modificador para plásticos del tipo termoplástico (resinas termoplásticas) y en formulaciones adhesivas.

Está disponible en pacas o balas envueltas en polietileno de punto bajo de fusión.

DATOS TÉCNICOS:

<i>Propiedades del Polímero</i>	<i>Valor Típico</i>	<i>Método Ensayo</i>
Viscosidad mooney ML (1+4) a 100°C	47	ASTM D-1646
Materia volátil, % máx	0,75	ASTM D-5668
Color (apha), máx	15	NM 300-33
Estireno total, %	25	ASTM D-5775
Estireno en bloque, %	17,5	NM 202-07
Viscosidad en tolueno (30%), cP	4000	NM 300-18
Insolubles, % máx	0,1	NM 300-15
Gravedad específica	0,93	DIN 53479

Standard Test Method for Penetration of Bituminous Materials¹

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 (ϵ) 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 Materials²
- D 2398 Test Method for Softening Point of Bitumen in Ethylene Glycol (Ring-and-Ball)³
- E 1 Specification for ASTM Thermometers⁴
- E 77 Method for Inspection and Verification of Liquid-in-Glass Thermometers⁴

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 ± 0.05 g. The total weight of the needle and spindle assembly shall be 50.0 ± 0.05 g. Weights of 50 ± 0.05 g and 100 ± 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° to this surface. The spindle shall be easily detached for checking its weight.

6.2 Penetration Needle:

6.2.1 The needle (see Fig. 1) shall be made from fully hardened and tempered stainless steel, Grade 440-C or equal, HRC 54 to 60. It shall be approximately 50 mm (2 in.) in length and 1.00 to 1.02 mm (0.0394 to 0.0402 in.) in diameter. It shall be symmetrically tapered at one end by grinding to a cone having an angle between 8.7° and 9.7° 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° . 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 μm (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

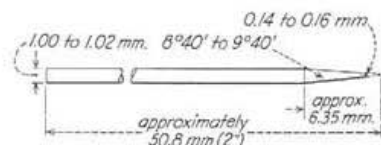


FIG. 1 Needle for Penetration Test

¹ 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.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 04.03.

³ Discontinued—see 1984 Annual Book of ASTM Standards, Vol 04.04.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.03.

1.77 in.). The ferrule shall be 3.2 ± 0.05 mm (0.12 ± 0.003 in.) in diameter and 38 ± 1 mm (1.50 ± 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 ± 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°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 ± 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 ± 0.1 s. Any automatic timing device attached to a penetrometer must be accurately calibrated to provide the desired test interval within ± 0.1 s.

6.7 *Thermometers*—Calibrated liquid-in-glass thermometers of suitable range with subdivisions and maximum scale error of 0.1°C (0.2°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°C (66 to 80°F)
63C or 63F	-8 to $+32^\circ\text{C}$ (18 to 89°F)
64C or 64F	25 to 55°C (77 to 131°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°C above the expected softening point for tar pitch in accordance with Test Method D 2398, or to more than 90°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°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°C (77°F), 100 g, and 5 s, respectively. Other conditions may be used for special testing, such as the following:

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

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

9. Procedure

9.1 Examine the needle holder and guide to establish the absence of water and other extraneous matter. Clean a penetration needle with toluene or other suitable solvent, dry with a clean cloth, and insert the needle in the penetrometer (Note 4). Unless otherwise specified place the 50-g weight above the needle, making the total moving load 100 ± 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:

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

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) ^a 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), ^a units	1.4	4

^a 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.



Standard Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring-and-Ball Apparatus)¹

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 (ϵ) 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 Materials²
- D 92 Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup³
- D 140 Practice for Sampling Bituminous Materials⁴
- E 1 Specification for ASTM Thermometers⁵

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 ± 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 ± 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 $+80$ °C or 30 to 180°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°C or 85 to 392°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 $+175$ °C or 30 to 350°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.

¹ 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.

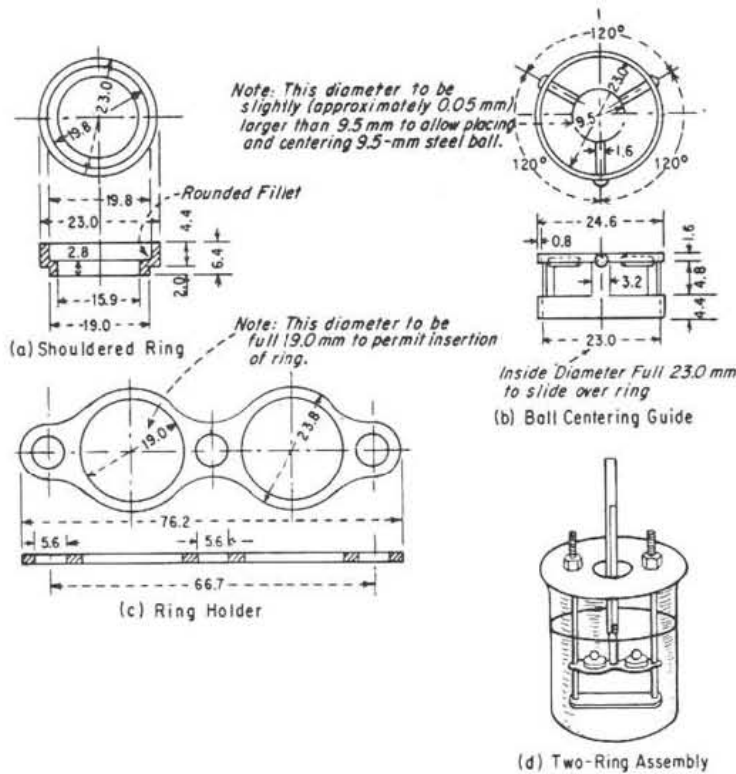
Current edition approved Feb. 10, 1986. Published April 1986. Originally published as D 36 - 62T. Last previous edition D 36 - 84.

² Annual Book of ASTM Standards, Vols 04.01, 04.02, 04.04, and 04.08.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vols 04.04, 05.01, and 10.03.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vols 04.03, 04.04, and 04.08.

⁵ 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 D 92.

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

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

6.2 Release Agents:

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

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

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

7. Sampling

7.1 Sample the material in accordance with Practice D 140.

8. Test Specimens

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

NOTE 6—An electric hot plate having a minimum power to unit-surface-area ratio of 37 kW/m² 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).⁶

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).⁶

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).⁶

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).⁶

⁶ 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.