



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTA DE QUÍMICA

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TERMO-MECÁNICAS
TEMPERATURA DE ABLANDAMIENTO Y PENETRACIÓN DE
MEZCLAS ASFALTO-HULE DE LLANTA ADICIONADAS CON
AZUFRE , PARA APLICACIÓN EN CARPETAS DE RODAMIENTO
VEHICULAR

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA

PRESENTA

PAMELA RAMIREZ VIDAL



MEXICO, D.F.

2015



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

PRESIDENTE: **Profesor: Rodolfo Ruíz Trejo**

VOCAL: **Profesor: Filiberto Rivera Torres**

SECRETARIO: **Profesor : Marcos Flores Álamo**

1^{er.} SUPLENTE: **Profesor : Oscar Hernández Meléndez**

2º SUPLENTE : **Profesor : Jose Gabriel Tellez Romero**

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA

FACULTAD DE QUÍMICA

CONJUNTO E, LABORATORIO 213

Asesor del Tema

M. en I. Rodolfo Ruiz Trejo

Firma

Sustentante:

Pamela Ramírez Vidal

Firma

Índice general

1	Resumen	1
2	Presentación.....	2
2.1	Objetivo	4
2.2	Objetivos particulares.....	4
2	Marco teórico.....	5
2.1	Asfalto	5
2.1.2	Tipos	5
2.1.2.2	Derivados.....	5
2.2	Composición.....	6
2.2.1	Fraccionamiento del asfalto	7
2.2.1.1	Saturados	7
2.2.1.2	Aromáticos.....	8
2.2.1.3	Resinas.....	8
2.2.1.4	Asfaltenos	9
2.3	Modelo.....	10
2.4	Usos del asfalto.....	11
2.5	Deficiencias en la pavimentación	11
2.5.1	Acanalamiento	11
2.5.2	Fractura térmica.....	12
2.5.3	Fractura por fatiga.....	12
2.6	Asfalto Modificado	12
2.7	Hule molido de llanta (rubber crumb)	13
2.7.1	Elastómeros	13
2.7.2	Neumáticos	14
2.7.2.1	Compuestos de caucho	15

2.7.2.2	Refuerzos metálicos y textiles.....	17
2.7.3	La Vulcanización	18
2.7.3.1	Vulcanización del caucho.	18
2.7.3.2	Vulcanización del asfalto	19
2.7.3.3	Vulcanización del asfalto modificado	20
2.8	Reciclaje de llantas.....	21
2.8.1	Obtención del hule molido.....	24
2.8.1.1	Proceso mecánico	25
2.8.1.2	Molienda criogénica	25
2.9	Asfalto modificado con hule de llanta	26
2.10	Técnicas de caracterización.....	26
2.10.1	Penetración.....	26
2.10.2	Temperatura de ablandamiento	28
2.10.3	Medición de la viscosidad de las muestras con el Viscosímetro Brookfield	29
2.10.4	Prueba de segregación.....	29
2.10.5	Índice de penetración.....	30
2.10.6	Microscopia de fluorescencia.....	31
3	Desarrollo experimental.....	32
3.1	Técnicas de modificación de asfalto.....	34
3.2	Prueba de penetración	37
3.3	Temperatura de ablandamiento	37
3.4	Prueba de estabilidad asfalto-agregados	38
3.5	Medición de viscosidad típica del asfalto comercial	39
3.6	Microscopia de fluorescencia	39
4	Análisis de resultados.....	41
4.1	Caracterización de la muestra de asfalto	41
4.2	Prueba de penetración (PE).....	42

4.2.1	Asfalto-Azufre.....	42
4.2.2	Asfalto- Hule de llanta	43
4.2.3	Asfalto- hule de llanta- azufre.....	46
4.3	Prueba de temperatura de ablandamiento (TA)	50
4.3.1	Asfalto – azufre	50
4.3.2	Asfalto –hule de llanta.....	51
4.3.3	Asfalto –hule de llanta-azufre.....	53
4.4	Índice de penetración	59
4.4.1	Asfalto-Azufre.....	60
4.4.2	Asfalto- Hule de llanta	61
4.4.3	Asfalto- hule de llanta- azufre.....	62
4.5	Fotografías de microscopia	64
4.5.1	Asfalto- hule de llanta.....	64
4.5.2	Asfalto- azufre.....	66
4.5.3	Asfalto- hule de llanta- azufre.....	67
4.6	Prueba de segregación	69
5	Conclusiones	70
I	Bibliografía	72
5.1	Anexo I	77
5.2	Anexo II	80
	Prueba de penetración (PE).....	80
	Asfalto-Azufre.....	81
	Asfalto- Hule de llanta	82
	Asfalto- hule de llanta- azufre a proporción constante de hule de llanta.	83
	Asfalto- hule de llanta- azufre a proporción constante de azufre	86
	Prueba de temperatura de ablandamiento (TA).....	89
	Asfalto – azufre	89

Asfalto –hule de llanta	90
Asfalto –hule de llanta-azufre a proporción constante de hule de llanta	91
Asfalto –hule de llanta-azufre a proporción constante de azufre.....	94
Anexo III	97
Normas.....	97

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama de la separación de asfalto en varias fracciones	7
Figura 2. Estructura típica de alcanos saturados.	8
Figura 3. Estructura típica de aromáticos no polares.	8
Figura 4. Estructura típica de una resina.	9
Figura 5. Estructura típica de asfaltenos(ejemplo de crudo iraní).	10
Figura 6. Modelo de la Estructura Química del Asfalto.....	11
Figura 7. Molécula del cis-1,4-poliisopreno, NR.	16
Figura 8. Fotografía del caucho sintético.	16
Figura 9. Molécula del caucho de estireno-butadieno, SBR.....	17
Figura 10. Vulcanización de poliisopreno.	19
Figura 11. Porcentajes estimados por la Cámara Nacional de la Industria hulera de generación de llantas usados.	22
Figura 12. Destino de llantas usadas en México.	22
Figura 13. Tiradero clandestino de llantas en el D.F.	23
Figura 14. Incendio de relleno sanitario en Chiltepeque.	23
Figura 15. hule de llanta (rubber crumb).....	24
Figura 16. Aguja de penetración.....	27
Figura 17. Esquema de la realización de la prueba de penetración.	27
Figura 18. Dimensiones del anillo (mm) para prueba de temperatura de ablandamiento.	28
Figura 19. Arreglo para prueba de temperatura de ablandamiento	29
Figura 20. Equipo para la modificación de asfalto.	36
Figura 21. Fotografía de la realización de la prueba de penetración.....	37
Figura 22. a) fotografía de columpio, anillo y balín. b) fotografía de la realización de la prueba.....	38
Figura 23. Equipo para la Prueba de estabilidad asfalto-agregados	39
Figura 24. Viscosidad aparente a diferentes temperaturas para una muestra de asfalto comercial, medido a 190 RPM.	41
Figura 25. Variación de PE en mezclas asfalto- azufre con respecto al % m/m de azufre adicionado.	42
Figura 26. Variación de la PE en mezclas asfalto - hule de llanta con respecto al % m/m de hule de llanta adicionado	44

Figura 27. Cambio de la penetración de las muestras asfalto-hule de llanta-azufre, con respecto % m/m adicionado de hule de llanta	47
Figura 28. Cambio de la penetración de las muestras asfalto-hule de llanta-azufre, con respecto % m/m adicionado de azufre.....	48
Figura 29. Influencia del %m/m hule de llanta en TA.	52
Figura 30. Influencia del porcentaje de hule de llanta en TA para mezclas asfalto-hule de llanta- 0.25% m/m azufre.	54
Figura 31. Influencia del porcentaje de Hule de llanta en TA para mezclas asfalto-hule de llanta- 0.15% m/m azufre.	55
Figura 32. Influencia del porcentaje de hule de llanta en TA para mezclas asfalto-hule de llanta- 0.5% m/m azufre.	56
Figura 33. Influencia del porcentaje de Azufre en TA mezclas de asfalto – 15%m/m hule de llanta- azufre.	56
Figura 34. Influencia del porcentaje de Azufre en TA mezclas de asfalto – 10%m/m hule de llanta- azufre	57
Figura 35. Influencia del porcentaje de Azufre en TA mezclas de asfalto – 2 %m/m hule de llanta- azufre	57
Figura 36. Influencia del porcentaje de azufre en TA mezclas de asfalto –hule de llanta- azufre.....	59
Figura 37. Variación de IP con respecto al %m/m azufre.....	61
Figura 38. Variación de IP con respecto al %m/m hule de llanta.....	62
Figura 39. Variación del IP con respecto al % m/m de azufre	63
Figura 40. Imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-hule de llanta 2% m/m (20X)	64
Figura 41. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-hule de llanta 10% m/m (20X)	65
Figura 42. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-hule de llanta 15% m/m (20X)	65
Figura 43. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Azufre 0.05% m/m (20X).....	66
Figura 44. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Azufre 0.15% m/m (20X).....	66
Figura 45. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Azufre 0.25% m/m (20X).....	67

Figura 46. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.05% m/m) 20X	67
Figura 47. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.15% m/m) 20X	68
Figura 48. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.25% m/m) 20X.	68
Figura 49. TA (°C) de cola y cabeza de mezclas asfalto-hule de llanta -0.25% azufre	69
Figura 50. Imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(2% m/m) – Azufre(0.05% m/m) 20X	77
Figura 51. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(2% m/m) – Azufre(0.15% m/m) 20X	77
Figura 52. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(2% m/m) – Azufre(0.25% m/m) 20X	77
Figura 53. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(10% m/m) – Azufre(0.05% m/m) 20X	78
Figura 54. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(10% m/m) – Azufre(0.15% m/m) 20X	78
Figura 55. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(10% m/m) – Azufre(0.25% m/m) 20X.	78
Figura 56. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.05% m/m) 20X	79
Figura 57. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.15% m/m) 20X	79
Figura 58. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.25% m/m) 20X	79

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición genérica del asfalto.	6
Tabla 2. Composición de los neumáticos de pasajeros (automóviles y camionetas).	15
Tabla 3. Composición típica del NR	16
Tabla 4. Composición típica del SBR	17
Tabla 5. Clasificación de los cementos asfálticos en función del IP.	31
Tabla 6. Distribución de tamaño de partícula del hule de llanta empleado.....	32
Tabla 7. Lista del material empleado.....	32
Tabla 8. Lista de los aparatos empleados	33
Tabla 9. Resumen de las cantidad de azufre y hule de llanta agregadas a las mezclas.	35
Tabla 10 . Penetración y temperatura de ablandamiento del asfalto comercial.....	41
Tabla 11. Datos de viscosidad obtenidos mediante el empleo de un viscosímetro de Brookfield del asfalto comercial (A) a 190 RPM.	41
Tabla 12. Penetración en mezclas asfalto –azufre.....	42
Tabla 13. Penetración en mezclas asfalto - hule de llanta	44
Tabla 14. Penetración en mezclas asfalto - hule de llanta-azufre.	46
Tabla 15. Pendiente, ordenada al origen e incertidumbre de las correlaciones lineales de la figura 27.....	48
Tabla 16. Pendiente, ordenada al origen e incertidumbre de las correlaciones lineales de la figura 27.....	49
Tabla 17. Temperatura de ablandamiento (TA) del asfalto comercial (A) y mezclas asfalto-azufre, obtenidas mediante la medición con un termómetro digital.	50
Tabla 18. Temperatura de ablandamiento (TA) del asfalto comercial (A) y mezclas asfalto-hule de llanta, obtenidas mediante la medición con un termómetro digital...	51
Tabla 19. Temperatura de ablandamiento (TA) mezclas asfalto-hule de llanta-azufre.	53
Tabla 20. Pendiente y ordenada al origen de las correlaciones lineales, así como la incertidumbre asociada a cada una de las figuras 30, 31 y 32.....	54
Tabla 21. Pendiente y ordenada al origen de las correlaciones lineales de las figuras 33,34 y 35.....	58
Tabla 23. Clasificación de los cementos asfálticos en función del IP	60

Tabla 24. IP de las mezclas asfalto-hule de llanta- azufre	60
Tabla 25. IP de las mezclas asfalto-hule de llanta- azufre	61
Tabla 26. IP de las mezclas asfalto-hule de llanta- azufre	62
Tabla 27. IP de las mezclas asfalto-hule de llanta- azufre	63
Tabla 28. Datos de temperatura de ablandamiento de cola y cabeza de mezclas asfalto-hule de llanta – azufre.....	69

1 Resumen

Las carreteras son un factor importante para el desarrollo de un país ya que permiten trasladar bienes y servicios a través de éste. El material más empleado para la aplicación de carreteras es el asfalto; de ahí la importancia del estudio de propiedades directamente relacionadas con su desempeño como adherente en carpetas de rodamiento vehicular.

En este trabajo se estudió el efecto de la adición de azufre a mezclas de asfalto/hule de llanta sobre las propiedades termo-mecánicas: temperatura de ablandamiento y penetración, empleándose estas mismas propiedades para determinar el grado de estabilidad de las mezclas para la concentración más alta de azufre empleada en este estudio. Temperatura de ablandamiento y penetración son las pruebas para control de calidad más empleadas para producción en la industria nacional.

El asfalto empleado en la investigación es un asfalto comercial producido por PEMEX proveniente de la Refinería de Salamanca, Gto., el cual es utilizado en la región centro del país, la cual incluye al D.F. y zona conurbada.

La obtención de los materiales compuestos se llevó a cabo por el método de mezclado en caliente, a una temperatura de 180 °C, con una velocidad de agitación de 500 RPM (52.4 rad/s) y un tiempo de mezclado de 4h.

Los mezclas obtenidas se caracterizaron mediante pruebas de penetración (ASTM D5), temperatura de ablandamiento (ASTM D36), estabilidad de almacenamiento a altas temperaturas (180°C) y microscopia de fluorescencia. Además, se calculó el índice de penetración con los resultados obtenidos de la temperatura de ablandamiento y la penetración.

Los resultados muestran que el asfalto modificado con hule de llanta presenta una mayor temperatura de ablandamiento, y menor penetración con respecto al asfalto sin aditivos. Mientras que al agregar azufre a las mezclas este efecto se ve intensificado, por lo que los asfaltos modificados obtenidos presentan mejores propiedades, en comparación con el asfalto original, para su aplicación en carpeta de rodamiento.

2 Presentación

México es un país que cuenta con una gran variedad de recursos naturales, entre los que destaca el petróleo. Uno de sus derivados es el material último de los procesos de separación, denominado asfalto cuya abundancia permite su empleo para un gran número de aplicaciones. Entre las que destaca, su uso como materia prima para la construcción de carreteras.

Se estima que en 2012 PEMEX produjo 1400.78 Ton de asfalto. Ese mismo año ya se contaban con 90 plantas activas de emulsiones asfálticas y más de 600 plantas de mezcla en caliente en el país. De esta manera en 2012 se tuvo una inversión total de 48,639.6 millones de pesos, de la cual 53% correspondió a la construcción de carreteras federales, 28% a la construcción de caminos de acceso y 19% a la conservación de las mismas. (1)

México cuenta con un sistema nacional de carreteras de 366,001 km, de las cuales a pesar de la inversión que se ha hecho, solo el 36% se encuentra pavimentadas. Siendo el porcentaje restante un mercado sin explotar por la industria del asfalto. (1)

De esta manera la investigación en torno a la modificación de asfalto para su aplicación en carpetas de rodamiento vehicular, responde a la necesidad de describir el comportamiento termomecánico de las mezclas asfálticas, así como desarrollo de nuevos materiales con menor fragilidad a bajas temperaturas, y mayor resistencia al flujo a temperaturas altas. (2)

Tomando en cuenta que las propiedades del asfalto se modifican con la temperatura, se deben desarrollar mezclas asfálticas idóneas para aplicarse en diferentes regiones geográficas. (2)

Por otro lado el aumento de la cantidad de vehículos en países industrializados genera millones de neumáticos usados. Cerca de 1.4 billones de neumáticos son vendidos en todo el mundo anualmente (4), los cuales al finalizar su vida útil, se convierten en un problema ambiental.

En la República Mexicana, la Cámara Nacional de la Industria Hulera, estima que en el 2002 se generaban aproximadamente 25 millones de llantas usadas como promedio anual, de las cuales el 23% provenían del distrito Federal. (5)

Ante este problema varias soluciones han sido propuestas, sin embargo no son suficientes para absorber la producción de llantas usadas, debido a que tienen un alto precio de recolección y reprocesamiento. (2)

Esta situación genera tiraderos clandestinos, los cuales pueden albergar fauna nociva y ser un lugar idóneo para la reproducción de mosquitos debido a que las llantas poseen la capacidad de almacenar agua en épocas de lluvia, además de que los incendios accidentales de estos vertederos son muy contaminantes. Por lo que son un problema de salud pública.

Desde 1960 la modificación de asfalto con hule de llanta triturado ha sido utilizada en diferentes partes del mundo, y en la mayoría de los casos se ha demostrado una mejora en las propiedades de desempeño y en la vida útil de la carpeta asfáltica, disminuyendo los costos de mantenimiento (4). Sin embargo no existen estudios de sistemas asfalto-hule de llanta-azufre con materiales regionales.

2.1 Objetivo

Estudiar las propiedades termo-mecánicas: temperatura de ablandamiento, penetración y estabilidad bajo condiciones de almacenamiento estático, de sistemas asfalto-hule de llanta, y mezclas asfalto-hule de llanta- azufre preparadas por el método de mezclado en caliente, para su uso como adherente en la aplicación de carpetas de rodamiento vehicular.

2.2 Objetivos particulares

- Evaluar el efecto de la concentración de hule de llanta (2, 10,15% m/m) en la prueba de penetración y la temperatura de ablandamiento.
- Evaluar el efecto de azufre/hule de llanta (0.05, 0.15, 0.25 % m/m de azufre) en la prueba de penetración y la temperatura de ablandamiento.

2 Marco teórico

2.1 Asfalto

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 licua gradualmente al calentarse, cuyo constituyentes son betunes que se dan en la naturaleza en forma sólida o semisólida o se obtiene de la destilación del petróleo; o combinaciones de estos entre sí, o con el petróleo, o productos derivados de estas combinaciones. (6)

2.1.2 Tipos

El asfalto puede ser obtenido como residuo en la refinación de petróleo crudo y también puede ser encontrado en la naturaleza. De acuerdo a su origen el asfalto se clasifica como nativo o derivado del petróleo.

2.1.2.1 Asfalto nativo

El asfalto nativo o natural, se ha producido a partir del petróleo por un proceso natural de evaporación de las fracciones volátiles dejando las asfálticas (7). Puede encontrarse en depósitos minerales: impregnado en los poros de algunos tipos de rocas, denominadas rocas asfálticas o bien, puede estar mezclado con elementos minerales, como arenas y arcillar (8). Estos asfaltos se encuentran como escurrimientos superficiales en depresiones terrestres, dando origen a lagos de asfalto. (9)

Estos depósitos se pueden encontrar en diversas partes del mundo como: el lago Asfaltites en el mar muerto, Seyssel en Francia, Val de Travers en Suiza, el lago de Guanoco en Venezuela y el lago de Brea en Trinidad y Tobago (10). El asfalto nativo es el menos empleado en la pavimentación, debido a que no tiene uniformidad ni pureza y para su empleo debe ser sometido a procesos de purificación.

2.1.2.2 Derivados

Los asfaltos más utilizados son los derivados del petróleo provenientes de la destilación del crudo, se estima que estos representan más del 90% del total de asfaltos empleados. (2)

Cuando es sometido el petróleo crudo a un proceso de destilación, se separa en fracciones livianas como nafta y keroseno de la base asfáltica, mediante la vaporización, fraccionamiento y condensación de las mismas. En consecuencia, el asfalto es obtenido como un producto residual del proceso anterior. (11)

2.2 Composición

Las propiedades del material dependen del origen del crudo, así como de las condiciones de las que se halla procesado.

Desde el punto de vista químico, los asfaltos con una mezcla compleja de hidrocarburos de alto peso molecular, con una notable proporción de heteroátomos (Oxígeno, Azufre, Nitrógeno) y cierta cantidad de metales, tales como Vanadio y Níquel. Adicionalmente, la mayoría de los asfaltos muestra en su composición ciertas sales orgánicas solubles en la forma microcristales. (12)

El asfalto tiene un peso molecular promedio de (600 a 1500) g/mol (2) La composición química genérica del asfalto es la siguiente:

Tabla 1. Composición genérica del asfalto. (13)

Componente	Porcentaje de componentes [% peso]
Carbono	80-85
Hidrógeno	8-12
Oxígeno	2-8
Azufre	1-7
Nitrógeno	0-2
Metales(vanadio, níquel)	Trazas

2.2.1 Fraccionamiento del asfalto

Debido a que el asfalto es una mezcla compleja de moléculas orgánicas que varía en su composición química y peso molecular, se estableció un método para separarlo en cuatro grandes grupos, denominados: saturados, asfáltenos, resinas, y aromáticos, este método se denomina método SARA, este acrónimo retoma la letra inicial de cada corte (2). Este método se encuentra estandarizado en la norma ASTM D 4124. (14)

A continuación se describe el procedimiento: Inicialmente, el asfalto se separa en maltenos y asfaltenos por precipitación de estos últimos con n-heptano. Posteriormente, los maltenos que se encuentran disueltos en heptano, se fraccionan a través de una columna de alúmina (o sílica gel) con solventes de polaridad creciente.

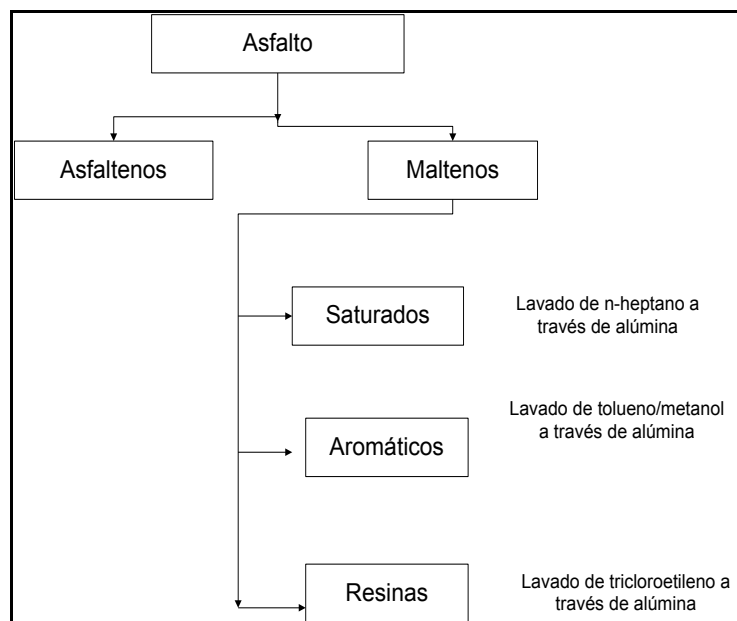


Figura 1. Diagrama de la separación de asfalto en varias fracciones (6).

2.2.1.1 Saturados

Tienen un peso molecular entre (470-880) g/mol, constituyen entre el 5% al 20% peso del cemento asfáltico (2). Se encuentran en forma de líquido incoloro o ligeramente coloreado a temperatura ambiente, debido a su baja temperatura de transición vítrea (alrededor de -70 °C), comúnmente 40 °C por debajo de la del betún

(10). Son principalmente alifáticos, se conforman de algunos n-alcenos lineales, cristalinos; y muy pocos átomos polares y anillos alifáticos. (13)

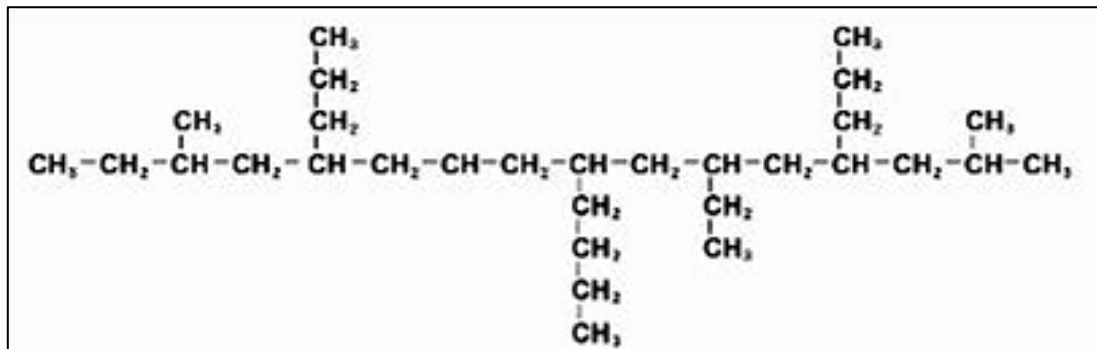


Figura 2. Estructura típica de alcanos saturados. (2)

2.2.1.2 Aromáticos

Son junto con las resinas los constituyentes principales del asfalto, constituyen entre el (30 y 40) % peso del betún. Se encuentran como un líquido de coloración amarilla-rojiza a temperatura ambiente. Tienen una mayor viscosidad que los saturados debido a su temperatura de transición Vítrea (de alrededor de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$), similar a la del betún (10). Su peso molecular ronda entre (570 y 980) g/mol. (2)

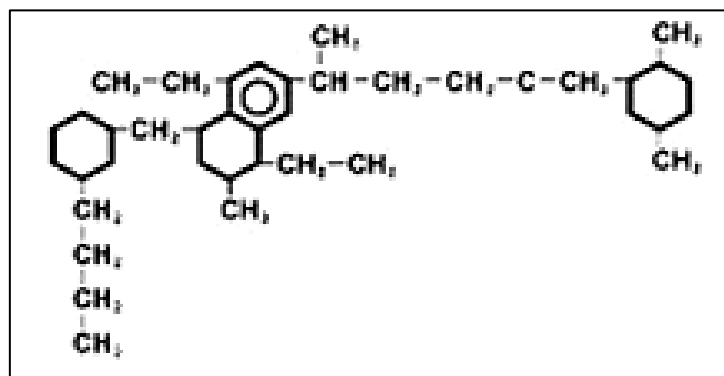


Figura 3. Estructura típica de aromáticos no polares. (2)

2.2.1.3 Resinas

Se encuentran como sólido negro a temperatura ambiente, tiene una composición similar a la de los asfaltenos, pero de menor peso molecular y una estructura

aromática menos compleja. Generalmente forma entre 30% y 45% en peso del material (10). Su peso molecular oscila entre los (780 y 1400) g/mol. (2)

Las resinas contenidas en los maltenos son intermediarias en el asfalto, cumplen la misión de homogenizar y compatibilizar a los asfaltenos insolubles. Aumentan la fluidez y plasticidad del asfalto. (15)

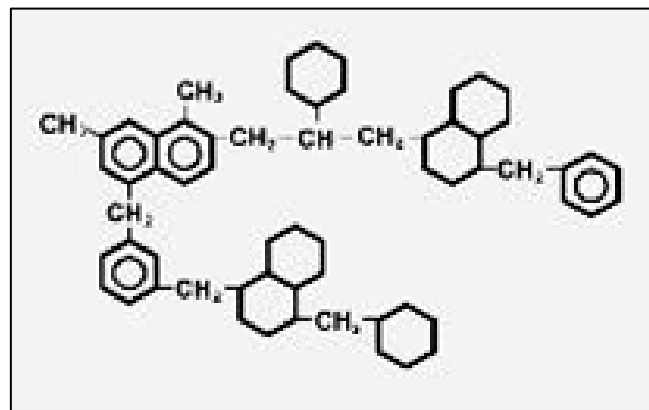


Figura 4. Estructura típica de una resina. (2)

2.2.1.4 Asfaltenos

Se encuentran como un polvo negro a temperatura ambiente. Son materiales de alto peso molecular entre (800 a 3500) g/mol. Constituyen entre el 5 y 20 % del peso total del asfalto (10). Contiene la mayoría de las trazas de los metales presentes en el asfalto.

Los asfaltenos son responsables de la dureza en el asfalto. Un aumento en la cantidad de asfaltenos produce endurecimiento, aumento en la viscosidad y disminución de la susceptibilidad. (9)

No son solubles en los maltenos y se mantienen suspendidos debido a las resinas. Dentro de un medio tienen la tendencia de asociarse para formar micelas. (13)

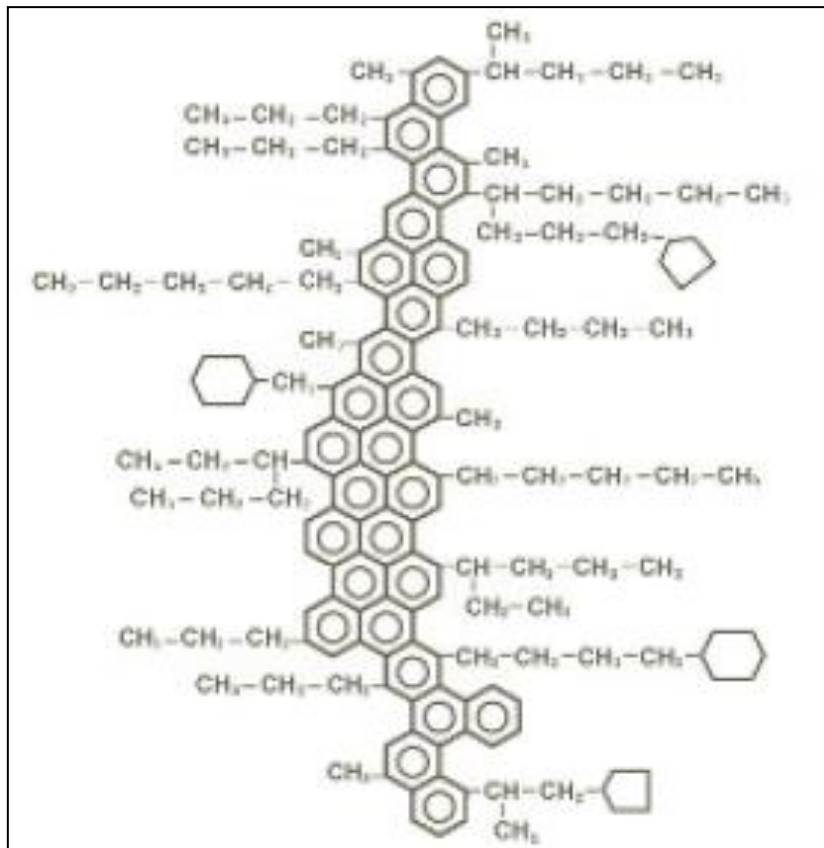


Figura 5. Estructura típica de asfaltenos(ejemplo de crudo iraní). (2)

2.3 Modelo

La estructura del asfalto fue descrita por primera vez en 1924 por Nellensteyn por medio de un sistema micelar, cuyo modelo fue mejorado a su vez en 1940 por Pfeiffer y Saal.

El modelo micelar es el más aceptado para configurar la estructura del asfalto, en él existen dos fases: una discontinua (aromática) formada por los asfaltenos, rodeada por una continua llamada fase maltenica. (15)

En la fase maltenica como se mencionó anteriormente, se han distinguido compuestos saturados, aromáticos y resinas; siendo estos últimos los que estabilizan la micela de asfalteno. (16)

El modelo explica el papel de los asfaltenos como partículas bituminosas solidas discretas (negras) de alta viscosidad que proveen elasticidad resistencia y adhesión (9, 15). Por otra parte las resinas actúan como una especie de capa

protectora de los asfáltenos y son intermediarias entre los aceites y los insolubles asfáltenos. (17)

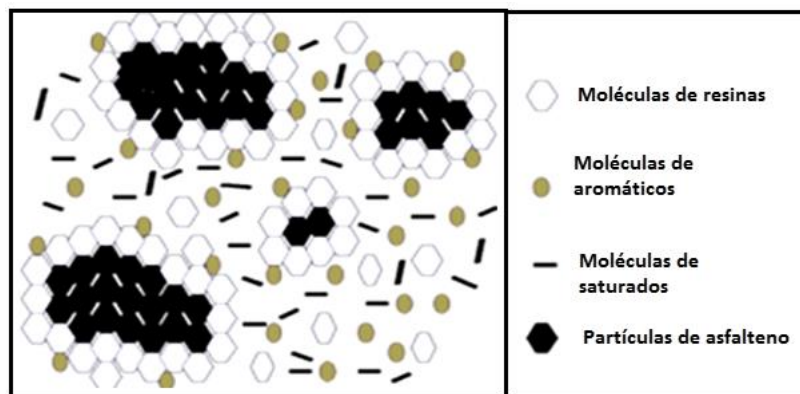


Figura 6. Modelo de la Estructura Química del Asfalto

2.4 Usos del asfalto

Debido sus propiedades termo-mecánicas, su poder aglomerante, comportamiento visco-elástico y bajo costo, el asfalto es ampliamente usado para diversas aplicaciones.

Entre las cuales se pueden mencionar: la pavimentación de carreteras, la impermeabilización, así como su empleo como recubrimiento, relleno y sellador debido a que es un buen aislante térmico, dieléctrico y acústico. (18)

Sin embargo su empleo más común, es como carpeta vehicular. Cerca del 90% de las carreteras del mundo han sido pavimentadas con asfalto. (19)

2.5 Deficiencias en la pavimentación

Las principales deficiencias en el asfalto usado en pavimentación son : la deformación permanente a altas temperaturas, el fracturamiento térmico a bajas temperaturas y la carga asociada con el rompimiento por fatiga. El envejecimiento y la susceptibilidad a la humedad completan estas deficiencias. (20)

2.5.1 Acanalamiento

Esta falla se da a altas temperatura (40 °C- 65 °C), sobre todo en carreteras donde el clima suele ser extremo, como desiertos. Consiste en la formación de ondas sobre la carpeta asfáltica, se debe a un esfuerzo ejercido por el tráfico y conlleva

una deformación permanente en la superficie (18). Esta deformación produce canales paralelos a la dirección del tráfico y constituye un peligro, especialmente en pisos mojados. (20)

2.5.2 Fractura térmica

La fractura térmica es ocasionada cuando se expone a la carpeta asfáltica a un ciclo térmico sencillo, donde la temperatura alcanza una temperatura crítica, ya sea por calentamiento o enfriamiento.

Este efecto suele ser más severo a temperaturas bajas de servicio, por ejemplo en zonas frías, porque se excede la capacidad del asfalto de disipar energía térmica. (18)

2.5.3 Fractura por fatiga

Este tipo de falla es causada por la aplicación continua de cargas sobre un periodo largo, y un volumen de tráfico que excede al criterio usado en el diseño del pavimento (20). Inicia en la parte baja de la carpeta asfáltica y se extiende sobre la superficie.

2.6 Asfalto Modificado

La razón principal para modificar el asfalto es mejorar las propiedades de desempeño de este. Los problemas típicos que se tratan de resolver al modificar al asfalto son la formación de surcos, el rompimiento térmico y la ruptura por fatiga. (20)

El asfalto modificado consiste en una mezcla de dos componentes principales: el agente modificador y el asfalto, la selección del agente modificador se basa tanto en las características del asfalto precursor y el uso final que se le dará al asfalto. (15)

Esta técnica surgió en 1823, cuando una fabricada en la Gran Bretaña mezclaba hule natural con asfalto (21). El uso de polímero se ha implementado en países desde hace poco más de medio siglo, entre los más empleados destacan los polímeros de estireno y butadieno en bloque.

Antes de utilizar los polímeros para modificar el asfalto, se utilizaban diversos materiales para lograr los efectos deseados, tales como asbestos especiales, fibras vegetales, minerales y cauchos. (2)

El proceso de producción de asfalto modificado comúnmente empleado es el “mezclado en caliente”, que consiste en incorporar cierta cantidad de polímero en el asfalto en condiciones de alta temperatura ($T = 180\text{ }^{\circ}\text{C}$), velocidad de agitación elevada ($> 500\text{RPM}$ o 52.4 rad/s) y tiempos de mezclado relativamente largos ($t > 3$ horas).(18)

Las propiedades y comportamiento del asfalto modificado dependen de la naturaleza química del propio asfalto (ya que estas varían dependiendo de su origen y proceso de obtención), así como de las características del agente modificador (composición global, distribución monomérica, morfología, pesos moleculares, entre otras) y de las condiciones de producción del asfalto modificado(temperatura, velocidad y tiempo de agitación). (21)

A pesar de los diversos estudios relacionados a la modificación de asfalto, empleando una gran variedad de agentes modificadores no se ha logrado establecer con precisión el comportamiento real de estos materiales, debido a los diferentes tipos de asfaltos que existen y a su naturaleza compleja. (21)

2.7 Hule molido de llanta (rubber crumb)

2.7.1 Elastómeros

Antes de la segunda guerra mundial, el caucho de hevea constituía el 99% de los elastómeros utilizados, pero hoy en día, los elastómeros sintéticos constituyen el 70% del caucho fabricado. El caucho natural y muchos elastómeros sintéticos se hallan disponibles en forma de látex. El látex puede ser utilizado como tal, para que se peguen las fibras de alfombra o para fabricar artículos impregnados con caucho (guantes), pero la mayoría del látex se utiliza coagulado para la fabricación de neumáticos y otros artículos. (22)

Los elastómeros forman una gran familia de polímeros amorfos con una temperatura de transición vítrea baja. Tiene una capacidad característica de sufrir grandes deformaciones elásticas sin ruptura. Son blandos y tienen un bajo modulo

elástico. La estructura de estos polímeros está muy retorcida (apretada torcida o rizada). Se define a un elastómero, como aquel capaz de recuperarse substancialmente en forma y tamaño una vez eliminada la carga, por otra parte un hule se define como capaz de recuperarse con rapidez de grandes deformaciones. (23)

En Estados Unidos se fabrican más de 5 millones de toneladas anuales de caucho sintético. El elastómero más importante es el copolimero de butadieno (75%) y estireno (25%) SBR, que se produce en cantidades superiores a los tres millones de toneladas anuales por polimerización en emulsión de butadieno y estireno. (22)

2.7.2 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. (2)

Los neumáticos son el producto principal de la industria hulera, representan más de las tres cuartas partes del tonelaje total. Otros productos importantes son zapatos, mangueras, bandas transportadoras, sellos, componentes amortiguadores de golpes, productos de hule espuma y equipos deportivos. (24)

Más de 200 materiales intervienen en la fabricación de los neumáticos, los cuales tienen un rol diferente según el tipo de neumático fabricado (25). Los componentes de una llanta se pueden clasificar en dos grandes grupos: compuestos de caucho y refuerzos textiles y mecánicos.

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, óxidos de zinc, dióxido de titanio, azufre, sílica, resinas fenólicas y ácidos grasos. (2)

Los tipos de caucho más empleados en la fabricación de neumáticos son (2):

- Cauchos naturales (NR)
- Estireno-Butadieno (SBR)

- Polibutadienos (BR)
- Polisoprenos sintéticos (IR)

Según la Rubber Manufacturers Association, en general, el neumático de automóviles camionetas tiene un peso promedio de 8.6 kg y está compuesto por los componentes que se enlistan en la siguiente tabla.

Tabla 2. Composición de los neumáticos de pasajeros (automóviles y camionetas).

Material	Porcentaje peso (%)
Caucho Natural	14
Caucho sintético	27
Negro de humo	28
Acero	14-15
Fibra textil, suavizantes, óxido, antioxidantes, etc.	16-17

2.7.2.1 Compuestos de caucho

El hule de llanta se compone de una mezcla de caucho natural (NR), y un elastómero sintético de estireno- butadieno (SBR), que ofrece resistencia mecánica y longevidad a la llanta. (13)

El caucho natural, NR, es un producto derivado del látex del árbol *Hevea brasiliensis*. Destaca por las excelentes propiedades mecánicas: resistencia a la tracción, al desgarre, a la abrasión y a la fatiga, y a la alta tenacidad. También destaca por la baja deformación permanente a 20 °C, por el buen comportamiento a baja temperatura (solo superado por el BR y los elastómeros de silicona) y por las buenas propiedad eléctricas. Sin embargo, su uso presenta algunas limitaciones: temperatura de servicio máxima moderada y mal comportamiento a los agentes atmosféricos y a los aceites. (26)

La *Hevea brasiliensis* requiere condiciones climatológicas e hidrométricas particulares. Las plantaciones se localizan en el suroeste de Asia (principalmente

Tailandia, primer productor mundial, e Indonesia) América latina y África (25). Su molécula es la del cis-1,4-poliisopreno.

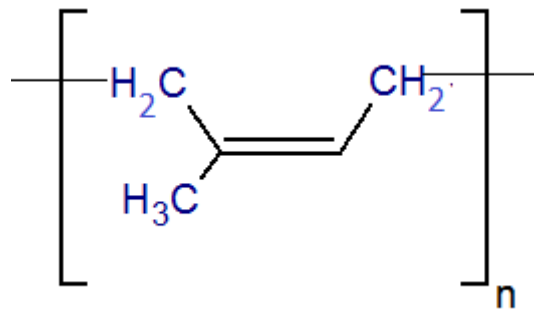


Figura 7. Molécula del cis-1,4-poliisopreno, NR.

Tabla 3. Composición típica del NR

Componente	Porcentaje en peso (%)
Sólidos	36
Proteínas	1-1.5
Cenizas	< 1
Azúcares	1
Agua	60

Por otra parte, en la industria del neumático, el 60% de los cauchos utilizados son goma sintética hecha de hidrocarburos derivados del petróleo. Al ser aplicado un esfuerzo sobre los elastómeros sintéticos, se deforman pero vuelven a su forma original después de algún tiempo, una vez que se elimina la tensión (histéresis). Esta propiedad es de suma utilidad para la fabricación de neumáticos. (25)



Figura 8. Fotografía del caucho sintético. (25)

Existe una amplia variedad de polímeros SBR, siendo el más empleado en la industria llantera el conocido como 1712.

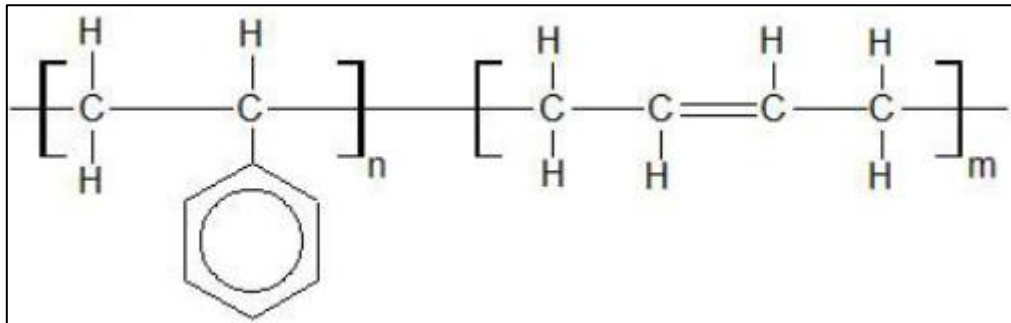


Figura 9. Molécula del caucho de estireno-butadieno, SBR.

Tabla 4. Composición típica del SBR

Componente	Porcentaje en peso (%)
Estireno	23.5
Butadieno	76.5
-cis-1,4-polibutadieno	9.0
-trans-1,4-polibutadieno	76.0
Contenido de gel	Despreciable

La masa de caucho resulta en un elastómero termoplástico débil, por lo que se requiere de aditivos y proceso adicionales para mejorar sus propiedades. (13)

2.7.2.2 Refuerzos metálicos y textiles.

Los refuerzos metálicos están constituidos por cables de acero que se utilizan como reforzamiento de cinturones para llantas radiales, otorgando resistencia y rigidez. Mientras que los refuerzos textiles están elaborados generalmente de cuerdas de poliéster, nylon, rayón, aramida, o una combinación de las anteriores. Estos materiales fortalecen las llantas proporcionándoles resistencia adicional, durabilidad y confort. (13)

2.7.3 La Vulcanización

A principios del siglo XIX, la utilización de elastómeros se encontraba muy restringida debido a la adhesión y suavidad excesiva que prestaban los objetos de este material, así como la pronta degradación provocada al ser expuestos a la luz del sol.

Dicho problema fue resuelto en 1839 por Charles Goodyear mediante el descubrimiento del proceso de vulcanización, cuando accidentalmente dejó caer una mezcla de hule y azufre sobre la estufa de su casa. Al observar el material, se percató de que se había endurecido un poco. Posteriormente, introdujo la misma mezcla al horno durante varias horas, con lo cual pudo constatar que, efectivamente el hule se había hecho mucho más rígido y que sus propiedades elásticas había mejorado. (16)

El descubrimiento de Goodyear tuvo una fuerte repercusión en el mundo industrial. Gracias a él, Joh B. Dunlop (1840-1921) veterinario escocés que deseaba mejorar el triciclo de su hijo, pudo inventar los primeros neumáticos. (16)

2.7.3.1 Vulcanización del caucho.

La vulcanización del caucho natural y sintético se puede definir como la reticulación del caucho con azufre y calor. Es una reacción de enlaces cruzados que se lleva a cabo a escala industrial, con el propósito de convertirlo en un caucho resistente, flexible y tenaz. El mecanismo exacto cambia con el método de vulcanización empleado. La formación de enlaces cruzados se produce debido a la ruptura mecánica de los enlaces carbono-carbono y el enlazamiento posterior de las cadenas. (13, 22)

En el caso de la vulcanización con azufre, el mecanismo consiste en la formación de uno o dos enlaces transversales de azufre entre cadenas, y la extracción de protones de cadenas adyacentes para formar hidruro de azufre (H_2S), con las cadenas entrecruzándose con los electrones libres restantes (27).

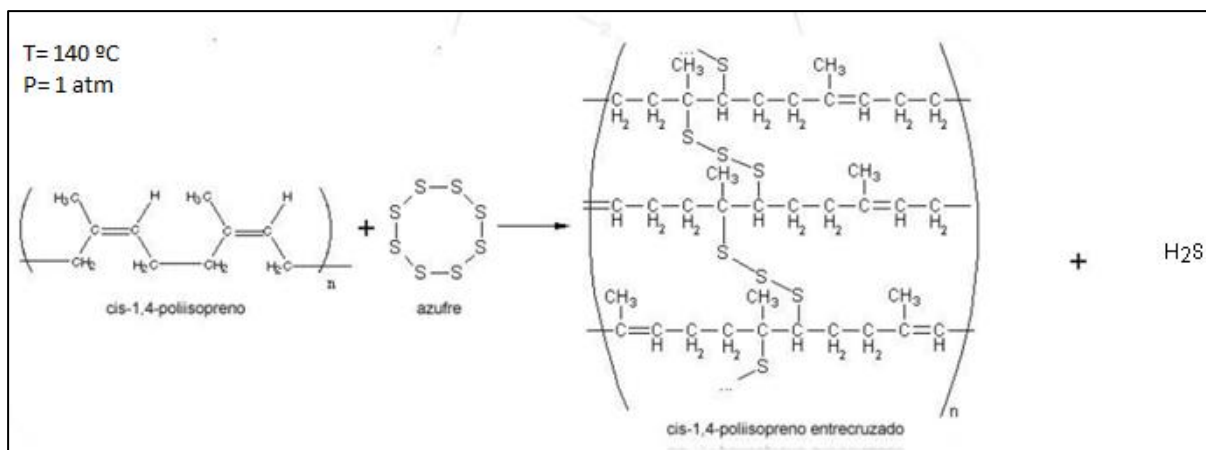


Figura 10. Vulcanización de poliisopreno.

Como se ha mencionado el azufre fue el primer agente empleado para el primer elastómero comercial (hule natural). La vulcanización fue lograda con la mezcla de 8 partes de azufre por 100 partes de hule y requirió 5h a 140 °C. La adición de óxido de zinc (acelerador) redujo el tiempo a 3 h. (16)

2.7.3.2 Vulcanización del asfalto

La idea de incorporar azufre al asfalto es muy antigua aproximadamente del año 1866. El primer estudio completo de tratamiento de diferentes asfaltos con azufre a bajas temperaturas fue hecho en Texas en 1933. (28)

Se puede añadir azufre al asfalto en cantidades relativamente pequeñas para endurecerlo. La cantidad de azufre que reacciona con el asfalto depende de la temperatura y la composición del asfalto.

Hay dos razones para considerar el azufre en las modificaciones asfálticas, se cree que el azufre en las mezclas azufre-asfalto puede incorporarse a la mezcla de tres formas: una pequeña porción puede reaccionar químicamente con el asfalto, una parte se puede disolver en él, y el resto se presenta como azufre cristalino, generalmente en forma de partículas pequeñas uniformemente dispersas en el asfalto (28).

El azufre reacciona principalmente con la fracción nafténica- aromática del asfalto, entre 119.3, punto de fusión del azufre monoclinico y 150 °c. La reacción principal es de adición, produciendo un incremento en la fracción aromática polar y un cambio

de las propiedades del asfalto. Por arriba de los 150 °c y en presencia de grandes cantidades de oxígeno, la reacción de oxidación se incrementa repentinamente, produciendo un incremento en asfáltenos, afectando las propiedades del asfalto (20).

2.7.3.3 Vulcanización del asfalto modificado

Como ha sido mencionado, el empleo de polímeros para la modificación de asfalto ha sido ampliamente estudiada, con lo cual se ha observado que al ser modificado el asfalto mejora sus propiedades mecánicas. (2, 9, 13, 15, 16, 28)

A pesar de ello se ha observado que se tienen problemas de solubilidad de los polímeros en el asfalto, especialmente durante el almacenamiento, ya que tiende a separarse. Esto provoca una pérdida significativa en las propiedades mecánicas de la mezcla inicial asfalto y polímero, bajo esta circunstancia no puede ser procesado el material compuesto para sus distintos propósitos.

De acuerdo a lo anterior, se ha realizado estudios de manera superficial sobre la adición del azufre (en cristales, pulverizado o fundido) cuando la mezcla polímero-asfalto es homogenizada para que reaccione con los componentes de la mezcla. La cantidad de azufre adicionada debe ser pequeña, alrededor de 0.1 % y 3 % en peso con respecto al asfalto. Después la mezcla es agitada por el tiempo necesario (aproximadamente 20-90 min) para permitir que el azufre reaccione con los componentes. (16)

La acción precisa de la naturaleza del azufre sobre el bitumen y el agregado caliente no es completamente conocida. Sin embargo, se cree que su acción es debida a la vulcanización; ya que puede causar una modificación en la estructura del material compuesto para obtener un material térmicamente estable con buenas propiedades mecánica. (16)

Actualmente, se ha demostrado que la adición de azufre en el asfalto hace que la mezcla resulte más rígida sin alterar significativamente su flexibilidad en caliente con los agregados para el pavimento. (16)

En esta clase de sistemas se requiere un premezclado de azufre y asfalto líquido, que resulta en una fina dispersión de azufre en asfalto antes de introducir los agregados calientes. (16)

Otra técnica comúnmente empleada es agregar el azufre líquido o sólido al mismo tiempo que el asfalto en los agregados, por lo que no es necesario un premezclado de azufre y asfalto lo que ahorra energía y tiempo en la fabricación de pavimentos. (16)

Por otro lado, hay una diferencia en la dispersión del azufre dependiendo de la cantidad del mismo; ya que, a concentraciones menores del 25 % en peso de azufre, se distribuye de manera homogénea en forma de pequeñas partículas; y a concentraciones mayores se forman nódulos más grandes, haciendo heterogénea la mezcla.

Por lo que la experimentación realizada en el presente trabajo fue realizada mediante el premezclado del azufre con el asfalto líquido en concentraciones de 0.05, 0.15 y 0.25% peso.

2.8 Reciclaje de llantas.

Existe en el mundo un problema muy grande con la generación de llantas usadas (4). En la república mexicana, la cámara nacional de la industria hulera, estima que en el 2002 se generaban aproximadamente 25 millones de llantas como promedio anual, de las cuales, el 23% de eran destinadas al Distrito Federal. (5)

Las características de los neumáticos son las mismas en todo el mundo, entre las cuales destacan: su no biodegradabilidad, la resistencia al moho, hongos, el calor y la humedad, el retraso del desarrollo bacteriano, resistencia a la luz del sol, rayos ultravioleta, algunos aceites, muchos disolventes, ácidos y otros productos químicos. Estas cualidades que son beneficiosas durante su vida como producto de consumo, son desventajas en su vida de post-consumo y crean un problema para su recolección, almacenamiento y/o eliminación. (4)

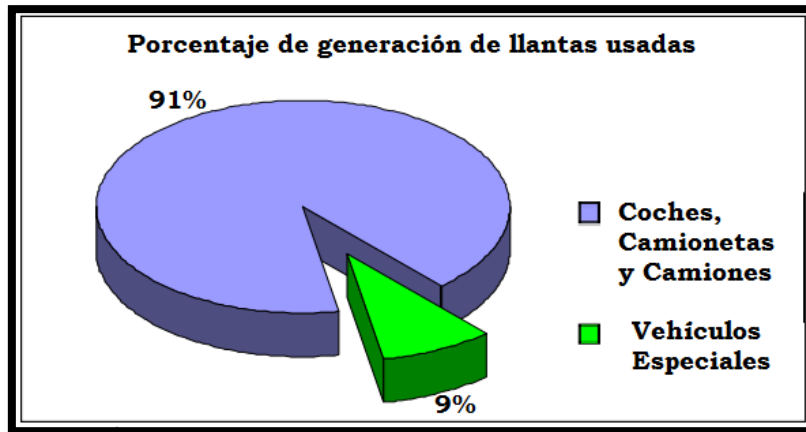


Figura 11. Porcentajes estimados por la Cámara Nacional de la Industria hulera de generación de llantas usados. (29)

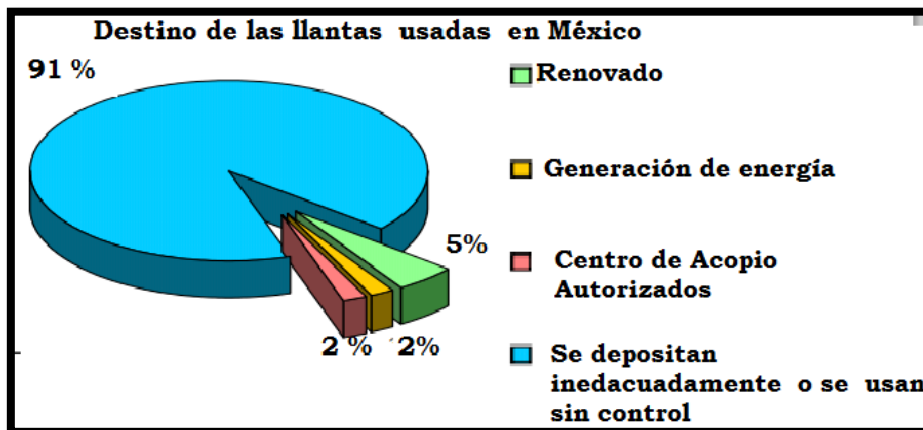


Figura 12. Destino de llantas usadas en México. (5)

El ciclo de vida del neumático comprende tradicionalmente cinco etapas principales, que incluye la extracción, producción, consumo, recolección de neumáticos usados, depósito en vertederos y/o gestión de residuos.

Varias soluciones han sido propuestas para el reciclaje de las llantas, entre ellas la reconversión energética debido a que tienen un valor calorífico equivalente a carbón de buena calidad. Se emplea de esta manera como una alternativa a los combustibles fósiles, o procesos químicos convencionales, tales como la pirolisis, termólisis y la gasificación. (4)

La reconversión energética de los neumáticos es 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. (2)

Otras aplicaciones ingeniosas de las llantas han sido propuestas, más no son suficientes para absorber la producción de llantas usadas, debido a que tienen un alto precio de recolección y reprocesamiento.

De esta manera tal como se puede observar en la gráfica 2 cerca del 91% de llantas desechadas son depositadas inadecuadamente o se usan sin control. Esto genera tiraderos clandestinos donde pueden acumularse cientos de miles de llantas usadas, que en caso de incendio son altamente contaminantes del ambiente.



Figura 13. Tiradero clandestino de llantas en el D.F.



Figura 14. Incendio de relleno sanitario en Chiltepeque. (30)

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.

2.8.1 Obtención del hule molido

La obtención del hule molido consiste en la eliminación de los componentes de acero y tela de los neumáticos usados, para su posterior trituración, así como procesamiento mediante el astillado con maquinaria, la cual corta los neumáticos en pequeños trozos de diferentes tamaños. (4)



Figura 15. hule de llanta (rubber crumb). (30).

Al finalizar esta etapa el material obtenido puede ser utilizado para una amplia variedad de proyectos de ingeniería civil: asfalto modificado, pavimentos, suelos de parques infantiles y estadios, esteras absorbentes, adoquines, materiales para techos, etc. (4)

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

2.8.1.1 Proceso mecánico

El proceso mecánico se lleva a cabo a temperatura ambiente o por encima de la misma.

Consiste en la eliminación de los cinturones de acero de las llantas, después se lleva a un equipo triturador donde se reduce a tamaños aproximadamente de (25-40)cm². Este producto es llevado a tolvas instaladas en la entrada de los granuladores. (2)

El granulador recibe el producto y lo lleva a una serie de moliendas, las cuales por medio de cuchillas pulverizan el hule. En el transcurso de este proceso se tienen la intervención de sistemas magnéticos, los cuales separan el acero y metal expulsándolo mediante un tubo vibratorio a los depósitos principales de recolección de acero. Posteriormente el hule pasa a una mesa vibratoria donde se tiene instalado un sistema de vacío que elimina la fibra sintética que tiene la llanta. Finalmente se transporta el hule a unas cribas que permiten seleccionar las medidas deseadas de acuerdo a las necesidades de granulometría del mercado. (2)

El procesamiento a temperatura ambiente se requiere comúnmente para proporcionar una forma irregular a las partículas, obteniendo relativamente grandes áreas de superficie, con el fin de promover la interacción con el betún de pavimentación. (4)

2.8.1.2 Molienda criogénica

La molienda criogénica permite la obtención de un producto estable, de calidad uniforme y controlada.

Esta tecnología se basa en el aprovechamiento de la capacidad de enfriamiento del nitrógeno líquido (entre -87 °C y -198 °C) hasta un punto en que se torna quebradizo, luego se utiliza un molino de martillos para romper el caucho congelado en partículas lisas con superficie relativamente baja. (2, 4).

Mediante este proceso se somete a el hule una temperatura por debajo de su 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 de polvo pulverizado con antioxidantes, antiozonantes, etc., evitando así la degradación del producto. (2)

2.9 Asfalto modificado con hule de llanta

Se define el asfalto ahulado como una mezcla de asfalto, hule de llantas y aditivos, en la cual el hule se encuentra en una proporción menor al 15% peso total de la mezcla y se tiene una interacción con el asfalto suficiente para causar un aumento de volumen en las partículas de hule. (13)

Durante la modificación, el hule de llanta absorbe parte de los maltenos, dejando un gran contenido de asfaltenos en la mezcla, incrementando la elasticidad y temperatura de ablandamiento del material, así como disminuyendo la penetración del mismo. (2, 13)

El asfalto ahulado es un material que propicia carreteras duraderas debido a las propiedades que adquiere la mezcla asfalto- hule. Entre las que destacan: elasticidad, impermeabilidad, cohesión y adhesividad. (2)

Al igual que en la modificación con polímeros, las propiedades del material obtenido depende de factores como: la naturaleza química del asfalto, las características del agente modificador (granulometría del hule, superficie específica, presencia de impurezas) y condiciones de producción. (13)

2.10 Técnicas de caracterización

La caracterización del asfalto es sumamente importante ya que permite realizar una comparación entre las propiedades de una muestra modificada y el asfalto blanco, y observar si la modificación es una mejora al comportamiento termo mecánico de este. Esta se determina mediante una serie de ensayos estandarizados, los cuales son mencionados a continuación.

2.10.1 Penetración

Mediante la penetración se determina la dureza del asfalto a determinada temperatura. Se denomina penetración a la distancia en décimas de milímetro que

una aguja penetra verticalmente durante 5 s, la cual soporta una pesa de (100 ± 0.05) g. (2)

La prueba consiste en medir la penetración de una aguja de punta cónica estándar en función de la fuerza aplicada y del tiempo de aplicación. Corrientemente, se trabaja a $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ y los resultados se expresan en décimas de milímetro. (31)

El conjunto se llama penetrómetro, el cual tiene un resorte que mueve una aguja para leer la distancia de penetración, los resultados se reportan en [dmm] ($1/10\text{ mm}$).

Las características de la aguja son las siguientes:

Material: acero Inoxidable.

Peso. 2.5 g.

Marca: Humboldt.

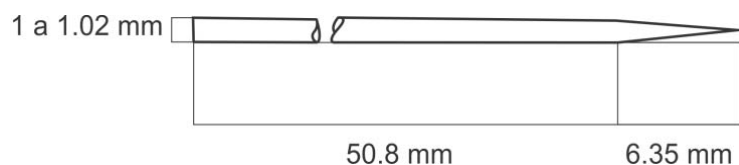


Figura 16. Aguja de penetración.

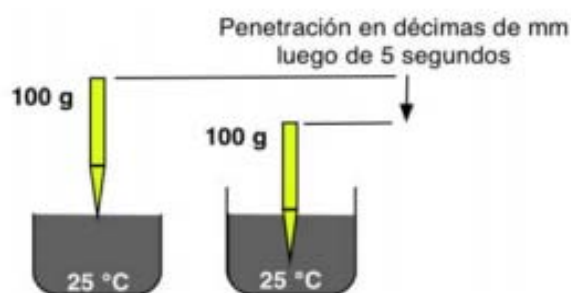


Figura 17. Esquema de la realización de la prueba de penetración. (4)

Especificaciones del equipo (2):

- Los valores de penetración se reportan en ($1/10\text{ mm}$)
- El peso del huso es de $47.5 \pm 0.05\text{ g}$
- El peso del huso más aguja es de $50 \pm 0.05\text{ g}$

- Se tiene un peso de 100 ± 0.05 g
- La aguja es de acero inoxidable, con dimensiones de 50 mm de largo y un diámetro de 1 mm.

2.10.2 Temperatura de ablandamiento

Por ser mezclas complejas, los asfaltos no presentan un punto de fusión definido, sino que su consistencia se va haciendo más y más blanda a medida que aumenta la temperatura. Arbitrariamente, se ha definido el punto de ablandamiento como la temperatura a la cual el asfalto es suficientemente blando para que una esfera de acero (diámetro de 0,953 cm y masa de 3.5 g) pase a través de un anillo (Diámetro Interno de 1,588 cm y altura de 0,635 cm) en el cual se encuentra la muestra de asfalto. El sistema está colocado en un baño de agua o de glicerina, cuya temperatura se incrementa a razón de $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ por minuto. Cuando la esfera atraviesa el anillo, la temperatura del baño corresponde al punto de ablandamiento. (32)

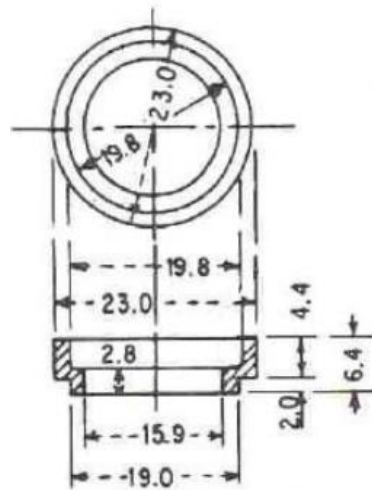


Figura 18. Dimensiones del anillo (mm) para prueba de temperatura de ablandamiento. (33)

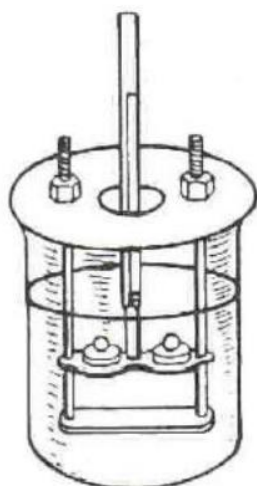


Figura 19. Arreglo para prueba de temperatura de ablandamiento (33).

2.10.3 Medición de la viscosidad de las muestras con el Viscosímetro Brookfield

El viscosímetro Brookfield DV-III + programable mide la viscosidad de fluidos a rangos de corte dados. Lo principal operación del viscosímetro DV III + Pro es guiar una aguja (que está sumergida en el líquido a ensayar) a través de un resorte calibrado. El arrastre debido a la viscosidad del fluido contra la aguja, esta medido por la deflexión del resorte. La deflexión del resorte está medida por un transductor giratorio. El principio de medida se basa en aplicar una velocidad de giro constante y medir la resistencia (par de torsión) que ofrece la muestra al giro de la aguja. Se dispone además de un horno eléctrico cerámico controlado por un programador de temperaturas para la medida de la viscosidad a varias temperaturas. (34)

2.10.4 Prueba de segregación

Debido a que la mayoría de los polímeros comerciales son incompatibles con el asfalto, la mezcla de cualquier polímero en un sistema como el asfalto puede resultar en una separación de fases dándose un empobrecimiento en las propiedades originales. (15)

La prueba de estabilidad de almacenamiento a altas temperaturas consiste en someter una muestra de asfalto modificado, en un tubo en posición vertical, a altas

temperaturas durante un largo periodo, con la finalidad de determinar la existencia de una separación de los componentes de la mezcla. La formación de más de una fase se puede comprobar mediante la comparación de las temperaturas de ablandamiento de las partes superior e inferior de la muestra tomando del tubo con asfalto modificado. (13)

2.10.5 Índice de penetración

El índice de penetraciones un parámetro adimensional que proviene de una función linealizada que relaciona los resultados de las pruebas de temperatura de ablandamiento y penetración. Establece criterios para estimar la susceptibilidad térmica del material asfáltico. (2)

En el año de 1936, Pfeiffer y Van Doormal observaron una relación lineal entre el logaritmo de la penetración y la temperatura a la que se realiza el ensayo, en donde la pendiente de la recta puede interpretarse como la susceptibilidad térmica del material. (13)

De esta manera, extrapolaron los valores experimentales de penetración y dedujeron que los asfaltos tiene un valor de penetración de 800 (1/10mm) cuando alcanzan una temperatura a la cual presentan un comportamiento liquido muy viscoso (temperatura de ablandamiento). (13)

Posteriormente graficaron los valores de penetración en escala semilogarítmica vs distintas temperaturas de ensayo, definiendo la pendiente de esta curva como la susceptibilidad térmica (B), representada matemáticamente como:

$$1. \quad B = \log \frac{\frac{800}{PEN_{25}}}{TA-25}$$

En donde:

PEN_{25} es el valor de la prueba de penetración a temperatura estándar (25 °C) .TA es la temperatura de ablandamiento.

De esta manera se define el índice de penetración como:

$$2. \quad IP = \frac{20-(500*B)}{(1+50*B)}$$

De acuerdo al IP, los asfaltos pueden ser clasificados en tres grupos.

Tabla 5. Clasificación de los cementos asfálticos en función del IP. (2)

Valores de IP	Características del asfalto con dicho valor IP
$+1 < IP$	Son mezclas de poca susceptibilidad a la temperatura, presentando cierta elasticidad.
$-1 > P$	Mezclas asfálticas con mayor susceptibilidad a la temperatura; ricas en resinas y con su comportamiento algo viscoso
$-1 < P < +1$	Características intermedias entre las dos anteriores; pertenecen a este grupo la mayoría de las mezclas asfálticas que se utilizan en la construcción de carreteras.

2.10.6 Microscopia de fluorescencia

La fluorescencia es un tipo de luminiscencia que se produce cuando una sustancia es excitada por radiación luminosa. La longitud de onda de la luz emitida es normalmente más larga que la luz de excitación. (35)

Este principio es empleado en la microscopia de fluorescencia, en la que la mezcla de asfalto-polímero se ilumina mediante una lámpara de luz ultra violeta y el polímero disperso emite luz visible de color amarillo y mayor longitud de onda, mientras que el asfalto únicamente absorbe la luz sin presentar fluorescencia (2). En el caso de la modificaciones realizadas en el presente trabajo con hule de llanta, dado que es un composito que contiene polímero presenta fluorescencia (2), aunque con una luminosidad menor porque otro de sus componentes : el negro de humo no tiene capacidad de fluorecer.

3 Desarrollo experimental

Sustancias

- 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 grado industrial QP Química Barsa S.R.L
- Azufre con 98% de pureza: Merck
- Hule de llanta comercial obtenido por el proceso mecánico, el cual fue tamizado empleando una serie americana de tamices USA standard ASTM E 11-61 (2). La mezcla de hule se utilizó tal cual para la modificación del asfalto.

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

Tabla 6. Distribución de tamaño de partícula del hule de llanta empleado.

- Asfalto comercial, salamanca, Guanajuato. Donación de la planta de asfalto del gobierno del Distrito Federal.

Material y equipo empleado

Tabla 7. Lista del material empleado.

Material o Equipo	Características
Propela	Acero inoxidable. Semihelicoidal de dos hojas. 3.81 cm.
Tubo de aluminio	Diámetro: 2.2 cm Altura : 12 cm
Charola de aluminio	Diámetro: 6 cm Altura: 1.5 cm
Lata de aluminio	Diámetro: 6.5 cm Altura: 6.5 cm
Agitador magnético	

Vaso de Precipitados	800 mL
Columpio	Estandarizado para prueba de temperatura de ablandamiento. (32)
Anillo para prueba de temperatura de ablandamiento	Estandarizado para prueba de temperatura de ablandamiento. (32)
Anillo centrador para prueba de temperatura de ablandamiento	Estandarizado para prueba de temperatura de ablandamiento. (32)
Balines para prueba de temperatura ablandamiento	Estandarizado para prueba de temperatura de ablandamiento. (35)
Aguja para prueba de penetración	Estandarizada para prueba de penetración. (30)

Tabla 8. Lista de los aparatos empleados

Equipo	Características
Balanza Digital	Marca: Mettler-Toledo Modelo: AG245 Intervalo: 1 mg - 245 g Incertidumbre: 1mg
Parrilla con agitación magnética.	Marca: Cimarec Modelo: Thermo-Scientific Intervalo: 5 °C - 530 °C Incertidumbre: ± 5 %
Parrilla con resistencia eléctrica	Marca: Bonhaus 127 V. 60 Hz. 650 W.
Regulador de voltaje	Marca: Sstaco. Modelo: 3PN1010B. Input: 120 V. Output: 0-140 V. 50/60 Hz. 12 A.
Controlador de Temperatura	Marca: Digi Sense. Modelo: 68900-11. 50/60 Hz. 0.6 A.
Motor eléctrico	Marca: IKA Digital Modelo: OST 20. (100-120) V. 50/60 Hz. 87 W. (72-2400)RPM
Penetrómetro	Marca: Humboldt Modelo: SHP 200 Pesa: 50 g
Termómetro Digital	Marca: Barnant 90

Equipo	Características
	Modelo: 600-2830 9 V Incertidumbre: ± 0.1 °C.
Termopar	Tipo J. 4 mm.
Elevador mecánico	11.43 cm

3.1 Técnicas de modificación de asfalto

Asfalto sin modificador

Para poder analizar el efecto de la adición de los agentes modificadores al asfalto comercial, se sometió una muestra al mismo proceso de calentamiento y agitación al que fueron sometidas las mezclas de asfalto-hule de llanta y asfalto-hule de llanta-azufre.

Se fundió asfalto comercial y se vertió en un recipiente metálico. Se montó el equipo como se muestra en el diagrama siguiente.

Con el fin de mantener la temperatura constante (180 °C) durante el proceso, se empleó un baño de aceite, dentro del cual se sumergió el recipiente metálico con agitación de 52.4 rad/s (500 RPM) durante 4 horas.

Concluido el tiempo se detuvo la agitación y se apagó el controlador de temperatura. Con la muestra aún caliente se llenó una charola de aluminio y un anillo para prueba de penetración y temperatura de ablandamiento.

Elaboración de las mezclas de asfalto-hule de llanta- azufre

Con el fin de observar el cambio de las propiedades de las mezclas asfalto-hule de llanta-azufre se realizaron modificaciones con (2, 10 y 15) %m/m de hule de llanta y (0.05, 0.15 y 0.25) %m/m de azufre; así como muestras en las que manteniendo constante la masa adicionada de hule, se varió la proporción de azufre .

En la siguiente tabla se muestran las cantidades utilizadas de asfalto, hule de llanta y azufre.

El procedimiento empleado para la preparación de las mezclas de asfalto-modificado fue: “mezclado en caliente”, el cual se resume a continuación.

Tabla 9. Resumen de las cantidad de azufre y hule de llanta agregadas a las mezclas.

Nomenclatura	Hule de llanta	Azufre	Asfalto	Hule de llanta	Azufre
	%m/m	%m/m	g	g	g
B	---	0	101.16	---	---
H02	2	0	90.99	1.86	---
H10	10	0	80.08	8.90	---
H15	15	0	97.28	17.17	---
S05	---	0.05	102.86	---	0.05
S15	---	0.15	105.49	---	0.16
S25	---	0.25	105.59	---	0.26
H2S05	2	0.05	97.28	1.99	0.05
H2S15	2	0.15	91.39	1.87	0.14
H2S25	2	0.25	101.53	2.08	0.26
H10S05	10	0.05	104.45	11.61	0.06
H10S15	10	0.15	96.20	10.71	0.16
H10S25	10	0.25	102.29	11.40	0.28
H15S05	15	0.05	96.57	17.05	0.06
H15S15	15	0.15	98.88	17.48	0.17
H15S25	15	0.25	104.87	18.56	0.31

En una lata de dimensiones conocidas, se pesaron aproximadamente 100g de asfalto comercial y se colocaron en un baño de aceite, que fue calentado gradualmente hasta la temperatura de 180 °C; dependiendo de la modificación realizada se siguieron los siguientes paso :

- mezclas asfalto- azufre: se adicionó lentamente la cantidad de azufre correspondiente a la mezcla a preparar (0.05, 0.15 y 0.25) %m/m. Este fue vertido lentamente y se mantuvo en agitación (52.4 rad/s) durante 4 horas.

- modificaciones asfalto-hule de llanta: se vertió lentamente la cantidad requerida (2, 10, 15) %m/m y se dejó la muestra a 52.4 rad/s durante 4 horas.
- mezclas asfalto- hule de llanta- azufre: una vez alcanzada la temperatura de 180°C se agitó la muestra a 52.4 rad/s y se agregó lentamente la cantidad requerida de azufre (0.05, 0.15 y 0.25) % m/m , se dejaron pasar 30 minutos y se adicionó la masa de hule de llanta correspondiente al (2, 10 o 15) %m/m de la muestra. Posteriormente se dejó en agitación durante 3.5 horas.

Una vez transcurrido el tiempo de la modificación se detuvo la agitación y se apagó el controlador de temperatura, se llenó una charola de aluminio, un anillo, así como un tubo metálico para la prueba de segregación para las muestras asfalto-hule de llanta- 0.25 %m/m azufre .

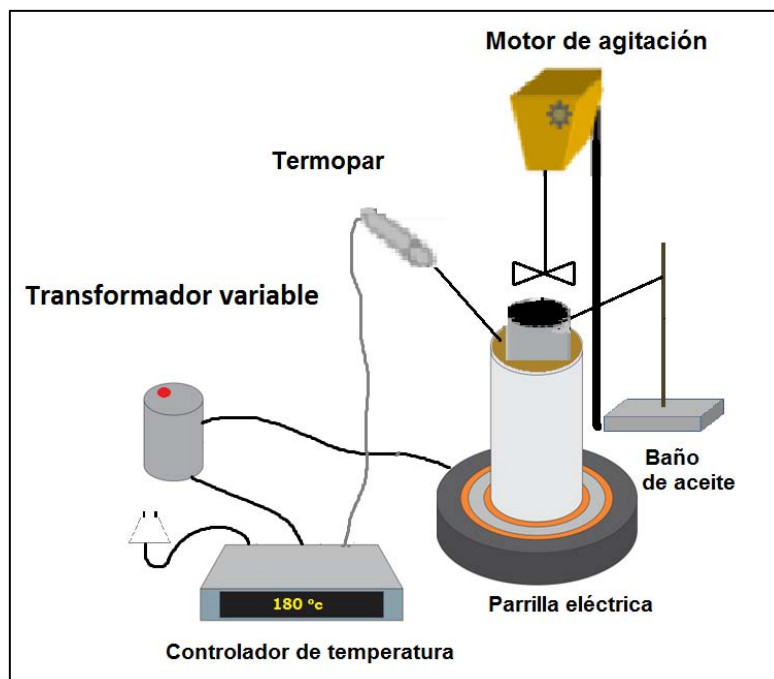


Figura 20. Equipo para la modificación de asfalto.

3.2 Prueba de penetración

Se realizó esta prueba en charolas de aluminio, en las cuales se habían vertido las muestras; éstas se sumergieron en un baño de agua a 25 °C y se dejaron reposar en, él con agitación constante durante una hora, con el fin de que llegaran a equilibrio termico con el agua.

Este procedimiento se llevó acabo 10 veces para cada muestra y se obtuvieron las medias aritméticas para cada una de las series de datos.



Figura 21. Fotografía de la realización de la prueba de penetración.

3.3 Temperatura de ablandamiento

La temperatura de ablandamiento está definida como aquella, en la cual el asfalto cambia de un material solido a uno prácticamente fluido. (16)

Se vertió una muestra de asfalto caliente en un anillo de latón, con un diámetro interno de 1.58 cm; posteriormente se dejó que la muestra se enfriara a temperatura ambiente durante 8 horas.

Una vez que la muestra alcanzó un estado sólido en equilibrio térmico, se instaló en un soporte que tiene un termómetro y dos porta anillos. En el centro de cada uno de los anillos se colocó un pequeño balín de aproximadamente $3.5 \text{ g} \pm 0.05 \text{ g}$.

El arreglo se sumergió en un baño de etilenglicol, el cual se fue calentado con una rapidez de 5 °C/min con una agitación lenta. Conforme pasó el tiempo, el asfalto se ablandó, hasta que el balín envuelto en asfalto cayó a través del anillo y tocó la placa inferior del sistema.

Se consideró como la temperatura de ablandamiento, aquella a la que el balín tocaba la placa inferior.

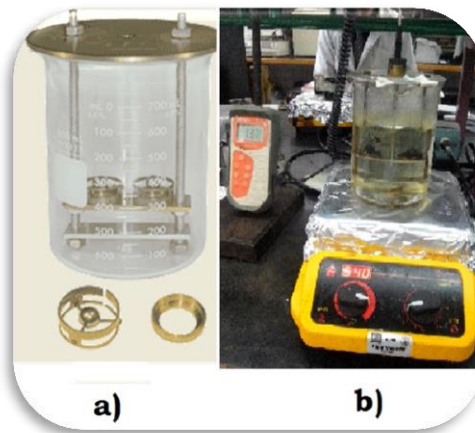


Figura 22. a) fotografía de columpio, anillo y balín. b) fotografía de la realización de la prueba.

3.4 Prueba de estabilidad asfalto-agregados

La prueba de segregación permite determinar si una mezcla asfáltica es estable, bajo condiciones de almacenamiento estático a altas temperaturas.

Para llevar a cabo esta prueba se llenó un tubo metálico de 1.25 cm de radio y 12 cm de longitud dejando un margen con respecto al borde para evitar derrames debido a la dilatación. Seguidamente se introdujo el tubo con la mezcla asfáltica, en un baño de aceite y se mantuvo a 180 °C por 6 horas, sin agitación.

Una vez transcurridas las 6 horas se retiró el tubo del baño de aceite y se dejó enfriar. Luego se cortó el tubo en tres secciones (la inferior y superior con una longitud de aproximadamente 4 cm).

Se analizaron las partes superior e inferior que en lo sucesivo se denominaran: cabeza y cola respectivamente.

Se fundió cada sección en una charola de aluminio y se llenó un anillo para la prueba de temperatura de ablandamiento. Una vez que se enfriaron y solidificaron las muestras se realizaron las pruebas.

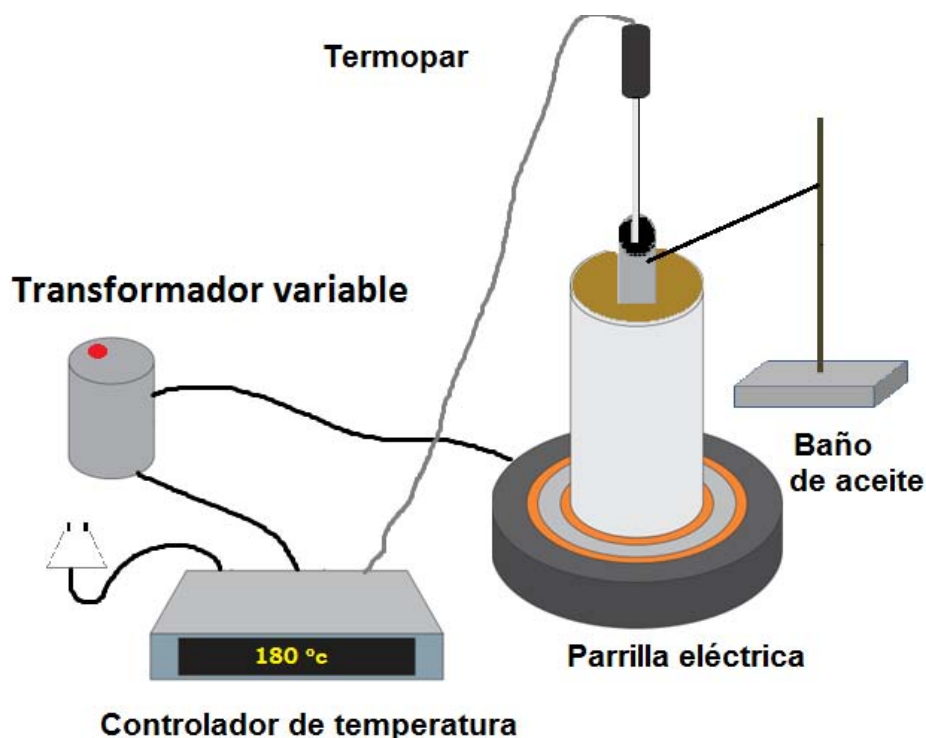


Figura 23. Equipo para la Prueba de estabilidad asfalto-agregados

3.5 Medición de viscosidad típica del asfalto comercial

Se caracterizó la muestra de asfalto blanco, mediante la medición de la viscosidad Brookfield, en un viscosímetro rotacional (Modelo DV-III+ Brookfield), a las temperaturas de (130, 165 y 180) °C y a un barrido de rapidez rotacional de (60 a 250) RPM. Al inicio de cada corrida, la muestra se dejó estabilizar térmicamente por 20 minutos.

3.6 Microscopia de fluorescencia

Se utilizó un microscopio de fluorescencia Carl-Zeiss KS 300 a temperatura ambiente y con aumento de 20x. El filtro que se empleó corresponde a un intervalo de longitud de onda de (390-450)nm.

Se inició por activar el software “AxioCam” y encender la lámpara; luego las muestras asfálticas en charolas de aluminio fueron colocadas dentro del microscopio en la base para muestras.

Seguidamente se abrió la rendija, para que pasara el haz de luz y se enfocó la muestra subiendo y bajando el nivel; así como moviendo la muestra hacia la izquierda y derecha.

Una vez que se obtuvo una imagen nítida en la computadora se guardó la fotografía.

4 Análisis de resultados

4.1 Caracterización de la muestra de asfalto

Para la realización de las mezclas asfalto-hule de llanta – azufre, se utilizó como materia prima un asfalto comercial (A), el cual fue agitado y sometido al mismo tratamiento térmico (180°C y 500 RPM) de las muestras modificadas.

Se caracterizó mediante la prueba de penetración (PE), temperatura de ablandamiento (TA) y medición de la viscosidad rotacional, mediante el empleo de un viscosímetro de Brookfield, cuyos datos se muestran en la tabla 10 y 11.

Tabla 10 . Penetración y temperatura de ablandamiento del asfalto comercial

	PE (1/10 mm)	TA (°C)
A	44	49.2

Tabla 11. Datos de viscosidad obtenidos mediante el empleo de un viscosímetro de Brookfield del asfalto comercial (A) a 190 RPM.

	Temperatura (°C)		
	180	165	130
viscosidad γ (cP)	90.8	150	672.4

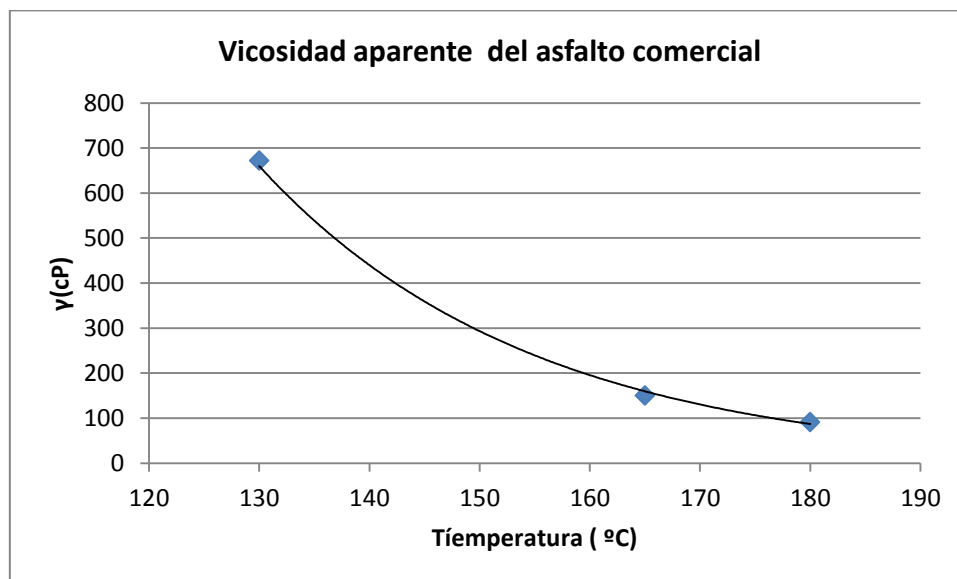


Figura 24. Viscosidad aparente a diferentes temperaturas para una muestra de asfalto comercial, medido a 190 RPM.

4.2 Prueba de penetración (PE)

4.2.1 Asfalto-Azufre

En la tabla 12 se presenta la penetración (PE) de cuatro muestras: una de asfalto sin aditivos (A) y cuatro de asfalto modificado con diferentes cantidades de azufre (S05, S15, S25).

Tabla 12. Penetración en mezclas asfalto –azufre.

	% m/m hule de llanta	%m/m azufre		PE (1/10mm)	
A	0	0	± 0.001	43.778	± 1.346
S05	0	0.05	± 0.001	40.333	± 2.415
S15	0	0.15	± 0.001	38.111	± 1.806
S25	0	0.25	± 0.001	36.222	± 1.979

Los resultados de la tabla anterior indican que la adición de azufre al asfalto disminuye la PE con respecto al asfalto sin aditivos.

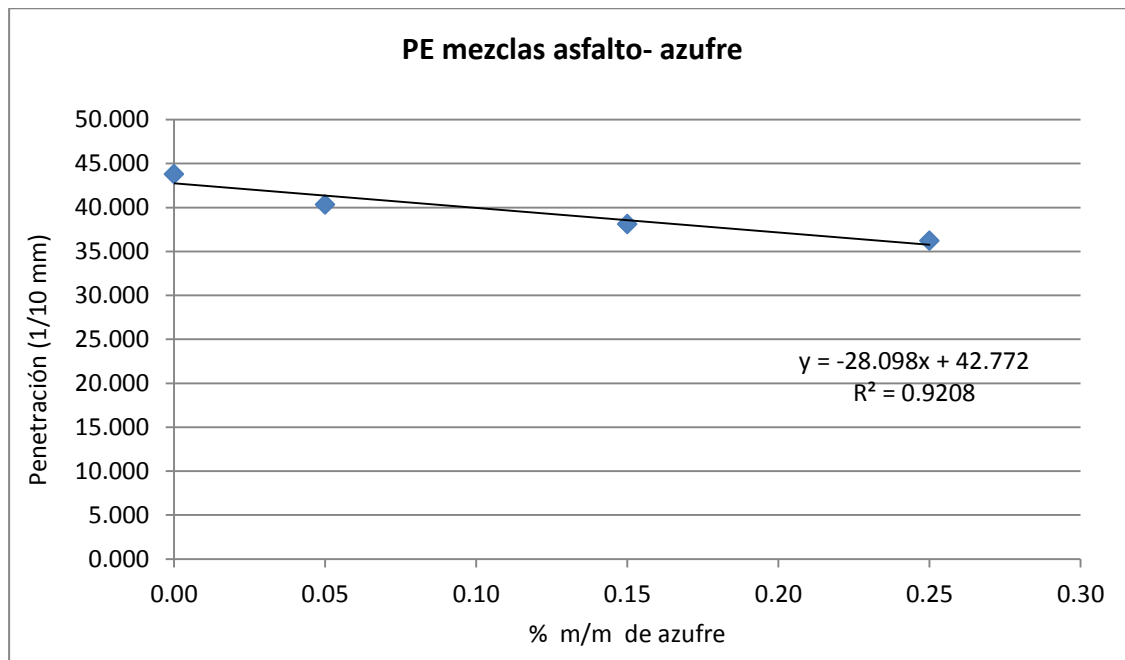


Figura 25. Variación de PE en mezclas asfalto- azufre con respecto al % m/m de azufre adicionado.

En la figura 25 se presentan estos mismos resultados, donde se observa que se tiene un coeficiente de correlación lineal, $r^2 = 0.9208$ y una correlación lineal:

$$3. \quad y = (-28.098 \pm 5.828)X + (42.772 \pm 0.862)$$

Dónde:

y es la penetración en (1/10 mm).

x es el %m/m de azufre en la mezcla.

En esta misma ecuación se reporta la incertidumbre asociada a la pendiente y la ordenada al origen de la correlación, obtenida por el método de los mínimos cuadrados.

$$4. \quad m = (-28.098 \pm 5.828) \left(\frac{1 \times 10^{-3} \text{ mm}}{\% \frac{m}{m} \text{ de azufre}} \right)$$

$$5. \quad b = (42.772 \pm 0.862) (1 \times 10^{-3} \text{ mm})$$

De esta manera la disminución de la PE es directamente proporcional al porcentaje de azufre en las mezclas. El coeficiente de correlación lineal obtenido para la mezcla es bajo, sin embargo esto se atribuye a que los datos presentados en este trabajo fueron obtenidos experimentalmente, y tienen asociados errores de esta índole.

En esta misma gráfica, se ve que la penetración es menor cuando el porcentaje de azufre es de 0.25%.

4.2.2 Asfalto- Hule de llanta

En la tabla 13 se presenta la penetración (PE) de cuatro muestras: una (A) asfalto sin aditivos y tres de asfalto modificado con diferentes cantidades de hule de llanta (H02, H10, H15).

Tabla 13. Penetración en mezclas asfalto - hule de llanta

	% m/m hule de llanta	%m/m azufre	PE (1/10mm)
A	0	0 ± 0.001	43.778 ± 1.346
H2	0	2 ± 0.001	41.556 ± 1.352
H10	0	10 ± 0.001	23.000 ± 1.758
H15	0	15 ± 0.001	15.111 ± 1.586

Se seleccionaron los porcentajes anteriores como referencia, para el estudio del efecto del azufre en las mezclas asfalto-hule de llanta, debido a que han sido previamente estudiadas (2) y han demostrado ser representativas para la visualización de efecto de la concentración del agente modificador en el asfalto.

Los resultados de la tabla 13 muestran que la incorporación del hule de llanta al asfalto incrementa su resistencia a la penetración y por tanto aumenta la dureza en el asfalto modificado.

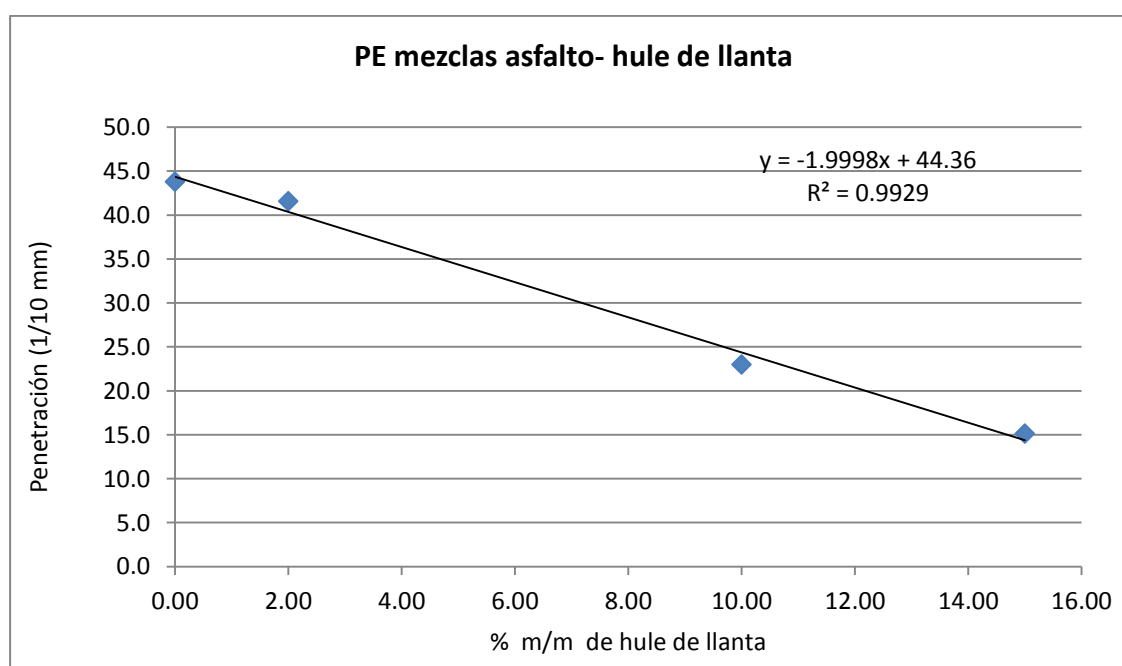


Figura 26. Variación de la PE en mezclas asfalto - hule de llanta con respecto al % m/m de hule de llanta adicionado

En la figura 26 se muestra que la disminución de la PE en las mezclas es directamente proporcional al porcentaje de hule de llanta adicionado, con un coeficiente de correlación, $r^2 = 0.993$ y una correlación lineal:

$$6. y = (-1.998 \pm 0.119) X + (44.359 \pm 1.083)$$

Dónde:

y es la penetración en (1/10 mm).

x es el %m/m hule de llanta en la mezcla.

En esta ecuación se observa que los valores de la pendiente y ordenada al origen son respectivamente:

$$7. m = (-28.098 \pm 5.828) \left(\frac{1 \times 10^{-3} \text{ mm}}{\% \frac{m}{m} \text{ de hule de llanta}} \right)$$

$$8. b = (42.772 \pm 0.862) (1 \times 10^{-3} \text{ mm})$$

4.2.3 Asfalto- hule de llanta- azufre

En la tabla 14 se presenta la penetración (PE) de 13 muestras: una de asfalto (A) tres de asfalto –hule (H02, H10, H15) y nueve de asfalto – hule de llanta-azufre (H02S05, H02S15, H02S25, H10S05, H10S15, H10S25, H15S05, H15S15, H15S25)

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

	% m/m hule de llanta	%m/m azufre	PE (1/10mm)
A	0	0 ± 0.001	43.778 ± 1.346
H2	2	0 ± 0.001	41.556 ± 1.352
H2S05	2	0.05 ± 0.001	34.333 ± 1.428
H2S15	2	0.15 ± 0.001	32.667 ± 1.382
H2S25	2	0.25 ± 0.001	28.333 ± 2.224
H10	10	0 ± 0.001	23.000 ± 1.758
H10S05	10	0.05 ± 0.001	19.889 ± 1.828
H10S15	10	0.15 ± 0.001	18.000 ± 1.457
H10S25	10	0.25 ± 0.001	16.400 ± 1.695
H15	15	0 ± 0.001	15.111 ± 1.586
H15S05	15	0.05 ± 0.001	13.111 ± 1.752
H15S15	15	0.15 ± 0.001	11.333 ± 1.167
H15S25	15	0.25 ± 0.001	4.778 ± 1.203

En la figura 27 y 28 se muestran estos mismos resultados. En la figura 27 se observa que la disminución de la PE es función de la cantidad de hule de llanta, mientras que en la figura 28 se aprecia que manteniendo la proporción de hule de llanta, la disminución de la PE es función de la cantidad de azufre.

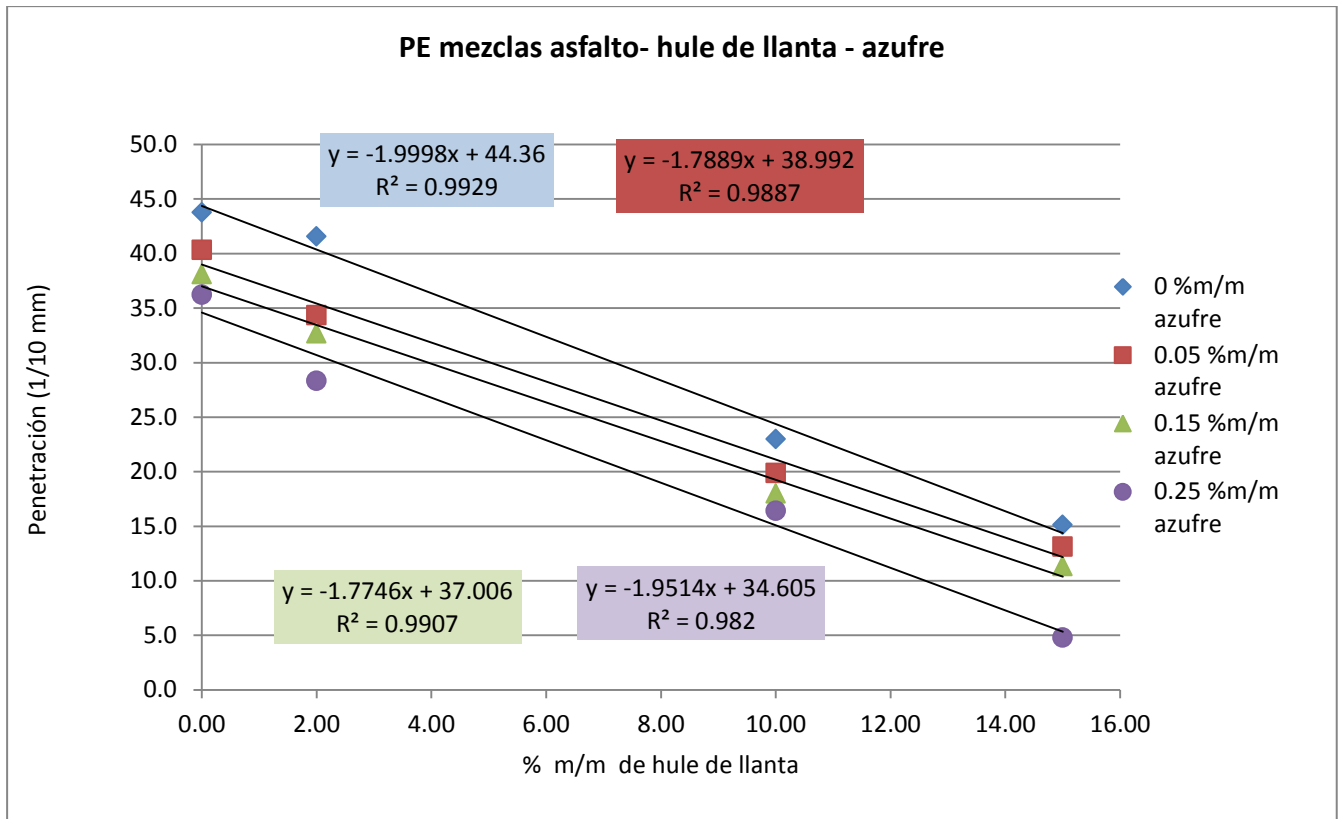


Figura 27. Cambio de la penetración de las muestras asfalto-hule de llanta-azufre, con respecto % m/m adicionado de hule de llanta

En la tabla 15 se muestra el coeficiente de correlación, la pendiente y ordenada al origen de las correlaciones lineales de la figura 27 para cada una de las series de datos obtenidos al mantener constante la proporción de azufre en las muestras, las cuales corresponden a la ecuación:

$$y = m x + b$$

Dónde:

y es la penetración en (1/10 mm).

x es el porcentaje peso de hule de llanta en la mezcla.

Para las ecuaciones anteriores las unidades de la pendiente y ordenada al origen son las siguientes:

$$m = \left(\frac{1 \times 10^{-3} \text{ mm}}{\frac{\%m}{m} \text{ de hule de hule de llanta}} \right)$$

$$b = (1 \times 10^{-3}) \text{ mm}$$

Tabla 15. Pendiente, ordenada al origen e incertidumbre de las correlaciones lineales de la figura 27.

% m/m azufre	m	b	r ²
0	-2.000 ± 0.119	44.360 ± 1.083	0.993
0.05	-1.789 ± 0.135	38.992 ± 1.224	0.989
0.15	-1.775 ± 0.121	37.006 ± 1.101	0.991
0.25	-1.951 ± 0.187	34.605 ± 1.695	0.982

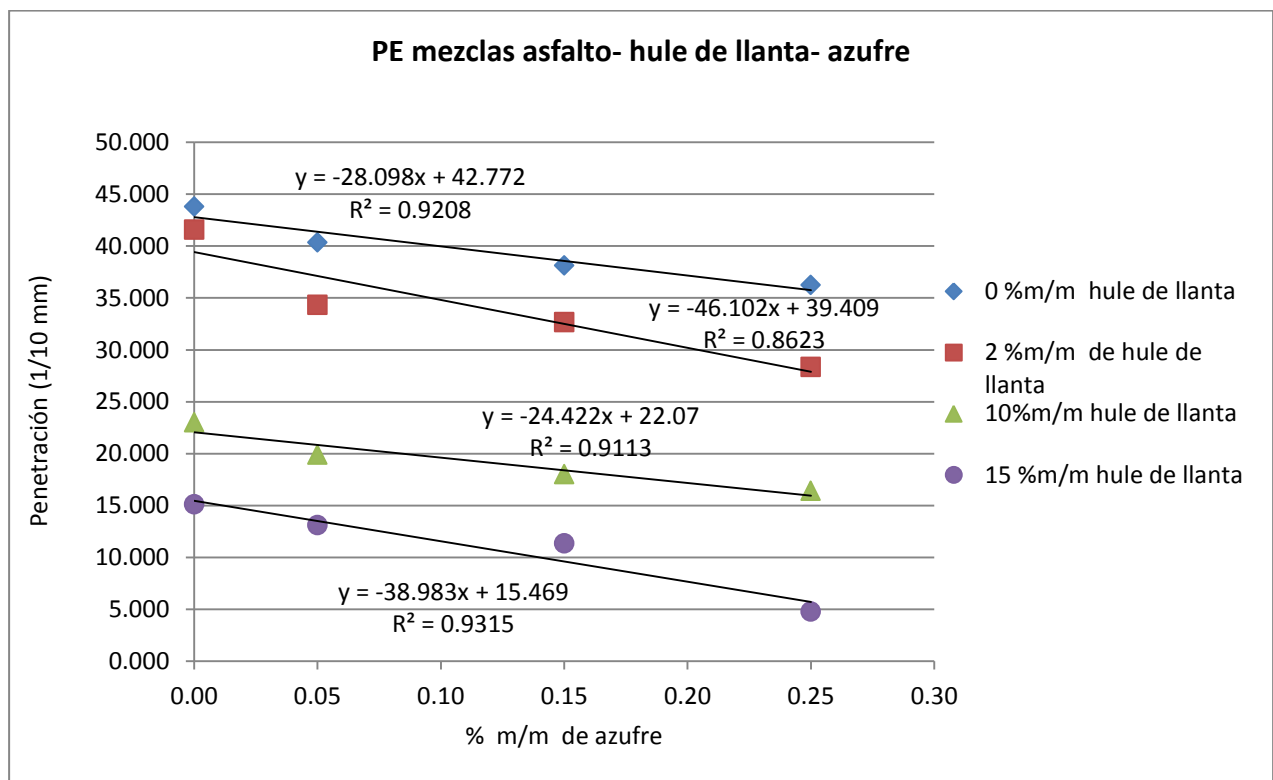


Figura 28. Cambio de la penetración de las muestras asfalto-hule de llanta-azufre, con respecto % m/m adicionado de azufre.

De la figura 28 se observa que al mantener la concentración de hule de llanta constante, la disminución de la PE es directamente proporcional al porcentaje de azufre adicionado en las mezclas asfalto-hule de llanta-azufre.

En la tabla 16 se reporta el coeficiente de correlación, la pendiente y ordenada al origen de las correlaciones lineales de la figura 28 para cada una de las series de datos obtenidos al mantener constante la proporción de hule de llanta en las muestras, las cuales corresponden a la ecuación:

$$y = m x + b$$

Dónde:

y es la penetración en (1/10 mm).

x es el porcentaje peso de hule de llanta en la mezcla.

Para las ecuaciones anteriores las unidades de la pendiente y ordenada al origen son las siguientes:

$$m = \left(\frac{1 \times 10^{-3} \text{ mm}}{\% \frac{m}{m} \text{ de azufre}} \right)$$

$$b = (1 \times 10^{-3} \text{ mm})$$

Tabla 16. Pendiente, ordenada al origen e incertidumbre de las correlaciones lineales de la figura 27.

% m/m Hule de llanta	m		b		r ²
0	-28.098	± 5.828	42.772	± 0.862	0.921
2	-46.102	± 13.027	39.409	± 1.927	0.862
10	-24.422	± 5.389	22.070	± 0.797	0.911
15	-38.983	± 7.474	15.469	± 1.105	0.932

El coeficiente de correlación lineal obtenido para las mezclas con 2% de hule de llanta es bajo, lo que se atribuye nuevamente a que los datos presentados en este

trabajo fueron obtenidos experimentalmente, y tienen asociados errores de esta índole.

De esta manera la adición de hule de llanta al asfalto aumenta la dureza, cohesión, o consistencia del asfalto resultante, para su aplicación en carreteras. Mientras que al agregar azufre, este efecto se ve intensificado, con lo que se nota una mejoría con respecto al asfalto que solo ha sido modificado con hule de llanta. Siendo la muestra H15S25 la de menor PE.

4.3 Prueba de temperatura de ablandamiento (TA)

Para poder realizar una comparación en la temperatura de ablandamiento (TA) entre las muestras modificadas y el patrón (asfalto sin aditivos), se considera que ± 2 °C es la misma temperatura de acuerdo con la norma ASTM D36 (36).

Todas las muestras analizadas en este trabajo tienen una diferencia mayor a 2°C, con respecto al asfalto sin aditivos. Por lo que las sustancias empleadas en las modificaciones: hule de llanta y azufre, en sus distintos porcentajes, modificaron el comportamiento térmico del asfalto comercial.

4.3.1 Asfalto – azufre

En la tabla 15 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) de cuatro muestras: una (A) asfalto sin aditivos y tres de asfalto modificado con diferentes cantidades de azufre (S05, S15, S25)

Tabla 17. Temperatura de ablandamiento (TA) del asfalto comercial (A) y mezclas asfalto-azufre, obtenidas mediante la medición con un termómetro digital.

	%m/m hule llanta	%m/m azufre	TA (°C)
A	0	0 \pm 0.001	49.2 \pm 0.1
S05	0	0.05 \pm 0.001	59.5 \pm 0.1
S15	0	0.15 \pm 0.001	59.7 \pm 0.1
S25	0	0.25 \pm 0.001	60.7 \pm 0.1

En la tabla 17 de se ve que al adicionar azufre al asfalto este aumenta su temperatura de ablandamiento, sin embargo tomado en cuenta la norma ASTM D36, se ve que este cambio es independiente al porcentaje de azufre adicionado para las concentraciones empleadas.

4.3.2 Asfalto –hule de llanta

En la tabla 16 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) de cuatro muestras : una (A) asfalto sin aditivos y tres de asfalto modificado con diferentes cantidades de hule de llanta (H02, H10, H15)

Tabla 18. Temperatura de ablandamiento (TA) del asfalto comercial (A) y mezclas asfalto-hule de llanta, obtenidas mediante la medición con un termómetro digital.

	% m/m hule llanta	%m/m azufre		TA (°C) ±	
A	0	0	± 0.001	49.2	± 0.1
H2	2	0	± 0.001	60.9	± 0.1
H10	10	0	± 0.001	67.6	± 0.1
H15	15	0	± 0.001	85.8	± 0.1

De los datos de la tabla 18 se obtiene la figura 29, donde se observa que el incremento de TA es directamente proporcional al porcentaje de hule de llanta adicionado, con un coeficiente de correlación, $r^2 = 0.909$ y una correlación lineal:

$$9. y = (2.086 \pm 0.467) x + (51.79 \pm 4.235)$$

Dónde:

y es la penetración en (1/10 mm).

x es el porcentaje peso de hule de llanta en la mezcla.

En esta ecuación se observa que los valores de la pendiente y ordenada al origen son respectivamente:

$$10. m = -2.086 \pm 0.467 \left(\frac{^{\circ}\text{C}}{\% \frac{m}{m} \text{ de hule de llanta}} \right)$$

$$11. b = 51.79 \pm 4.235 \text{ (}^{\circ}\text{C)}$$

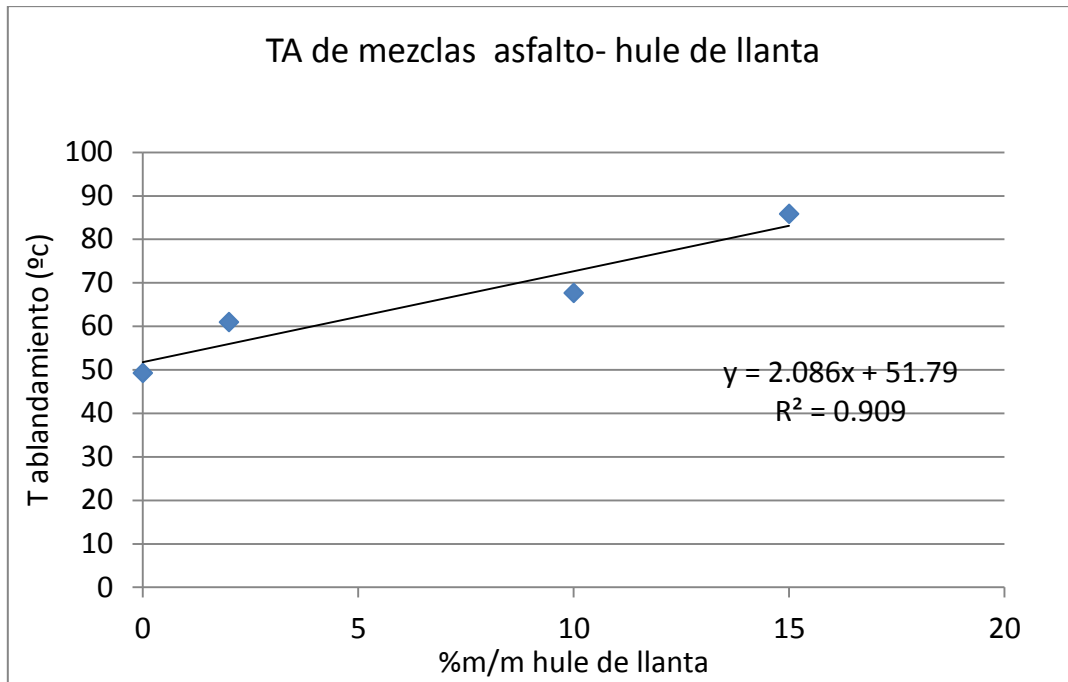


Figura 29. Influencia del %m/m hule de llanta en TA.

Los resultados de la tabla 18 muestran que la incorporación de hule de llanta en el asfalto produce materiales con una mayor temperatura de ablandamiento, y por ende con una mayor resistencia termo-mecánica con respecto al asfalto de referencia.

4.3.3 Asfalto –hule de llanta-azufre

En la tabla 19 se presenta la temperatura de ablandamiento (TA) de 13 muestras: una de asfalto sin aditivos (A) tres de asfalto –hule (H02, H10, H15) y nueve de asfalto–hule de llanta-azufre (H02S05, H02S15, H02S25, H10S05, H10S15, H10S25, H15S05, H15S15, H15S25)

Tabla 19. Temperatura de ablandamiento (TA) mezclas asfalto-hule de llanta-azufre.

	%m/m hule llanta	%m/m azufre	TA (°C)
A	0	0 ± 0.001	49.2 ± 0.1
H2	2	0 ± 0.001	60.9 ± 0.1
H2S05	2	0.05 ± 0.001	59.7 ± 0.1
H2S15	2	0.15 ± 0.001	60.9 ± 0.1
H2S25	2	0.25 ± 0.001	69.2 ± 0.1
H10	10	0 ± 0.001	67.6 ± 0.1
H10S05	10	0.05 ± 0.001	67.5 ± 0.1
H10S15	10	0.15 ± 0.001	68.4 ± 0.1
H10S25	10	0.25 ± 0.001	78.9 ± 0.1
H15	15	0 ± 0.001	85.8 ± 0.1
H15S05	15	0.05 ± 0.001	78.6 ± 0.1
H15S15	15	0.15 ± 0.001	84.5 ± 0.1
H15S25	15	0.25 ± 0.001	91 ± 0.1

En las figuras 30, 31 y 32 se presentan los datos de la tabla 19. En estas se puede ver la Influencia del porcentaje de Hule de llanta en la TA al mantener constante la proporción de azufre en las mezclas.

En la tabla 20 se muestran el coeficiente de correlación, la pendiente y ordenada al origen de las correlaciones lineales que corresponden a la ecuación:

$$y = m x + b$$

Dónde:

y es la Temperatura de ablandamiento (°C)

x es el porcentaje peso de hule de llanta en la mezcla.

Para las ecuaciones anteriores las unidades de la pendiente y ordenada al origen son las siguientes:

$$m = \left(\frac{^{\circ}\text{C}}{\% \frac{\text{m}}{\text{m}} \text{ de hule de llanta}} \right)$$

$$b = (^{\circ}\text{C})$$

Tabla 20. Pendiente y ordenada al origen de las correlaciones lineales, así como la incertidumbre asociada a cada una de las figuras 30, 31 y 32.

% m/m Azufre	m		b		r ²
0.05	1.409	± 0.334	55.916	± 3.501	0.947
0.15	1.734	± 0.613	55.663	± 6.419	0.889
0.25	1.634	± 0.324	64.997	± 3.396	0.962

Se observa que la adición de hule de llanta es directamente proporcional al aumento de la temperatura de ablandamiento para todas las concentraciones de azufre (0.25, 0.15 y 0.05 %m/m).

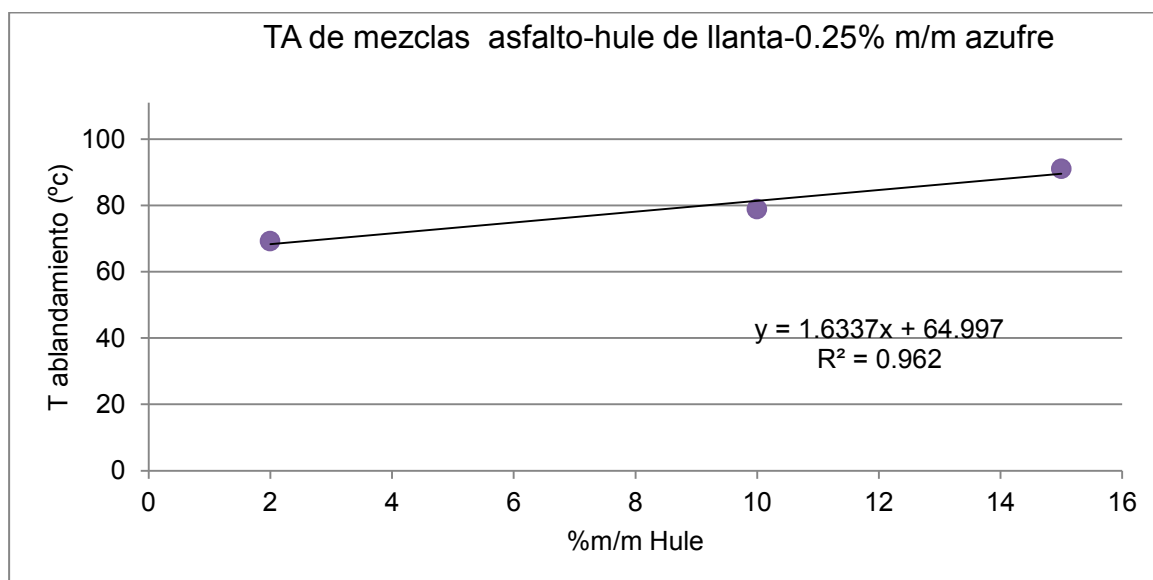


Figura 30. Influencia del porcentaje de hule de llanta en TA para mezclas asfalto-hule de llanta-0.25% m/m azufre.

La figura anterior muestra que para las mezclas asfálticas con 0.25 %m/m de azufre se tiene un comportamiento directamente proporcional del aumento de la temperatura con respecto al %m/m de hule añadido en las muestras, obteniendo un coeficiente de correlación lineal bajo debido a que son datos experimentales.

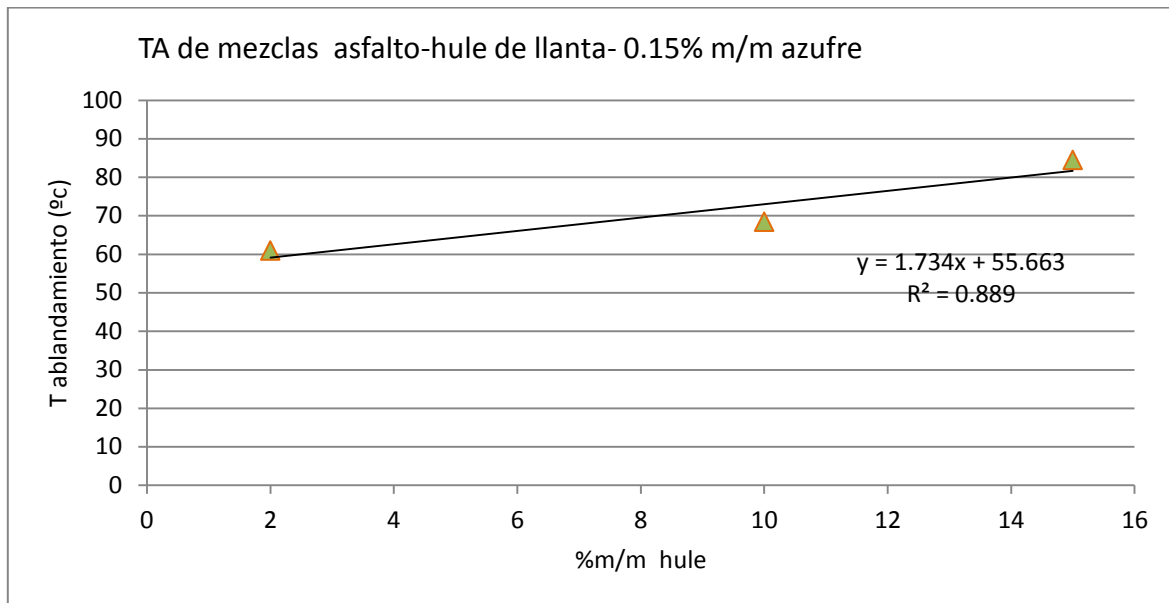


Figura 31. Influencia del porcentaje de Hule de llanta en TA para mezclas asfalto-hule de llanta- 0.15% m/m azufre.

En la gráfica de la figura 31 se tiene un coeficiente de correlación lineal bajo, $r^2 = 0.889$. Sin embargo se debe resaltar que los datos presentados en este trabajo son experimentales, así como el lote de asfalto comercial era limitado y por ende no se pudieron realizar más repeticiones.

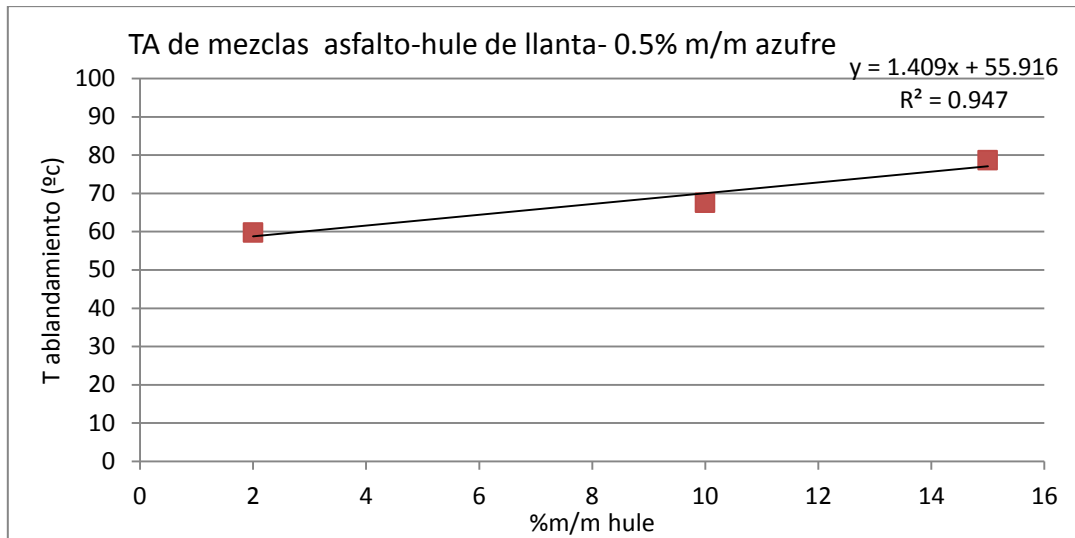


Figura 32. Influencia del porcentaje de hule de llanta en TA para mezclas asfalto-hule de llanta- 0.5% m/m azufre.

En las figuras 33, 34 y 35 se graficaron nuevamente los datos de la tabla 17, sin embargo en esta ocasión se realizó manteniendo la proporción de hule de llanta constante para cada una de las series de datos.

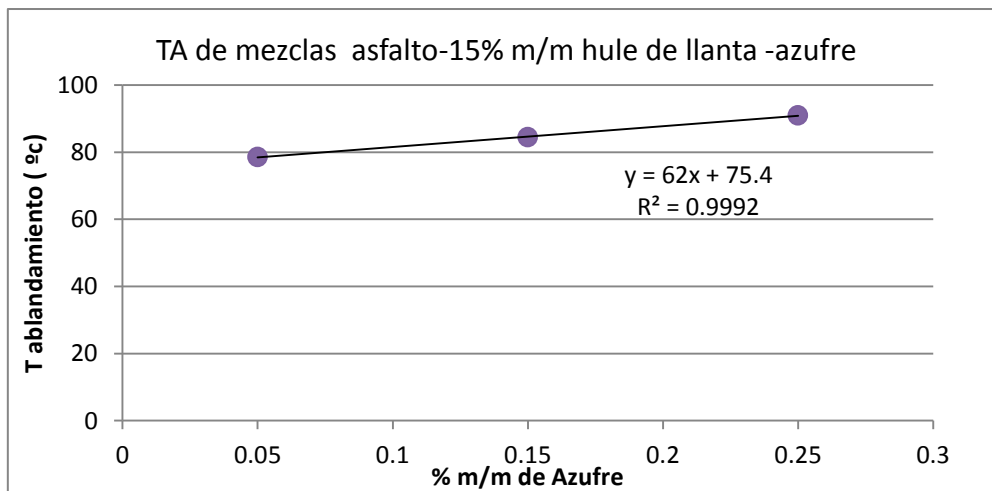


Figura 33. Influencia del porcentaje de Azufre en TA mezclas de asfalto – 15% m/m hule de llanta-azufre.

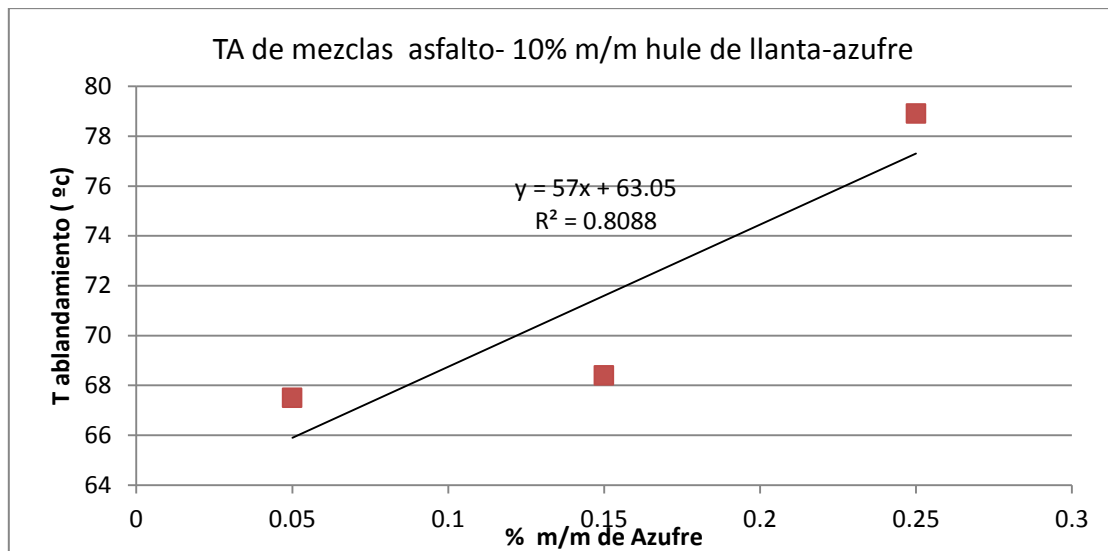


Figura 34. Influencia del porcentaje de Azufre en TA mezclas de asfalto – 10% m/m hule de llanta-azufre

En estas se puede ver la Influencia del porcentaje de azufre en la TA al mantener constante la proporción de hule de llanta en las mezclas.

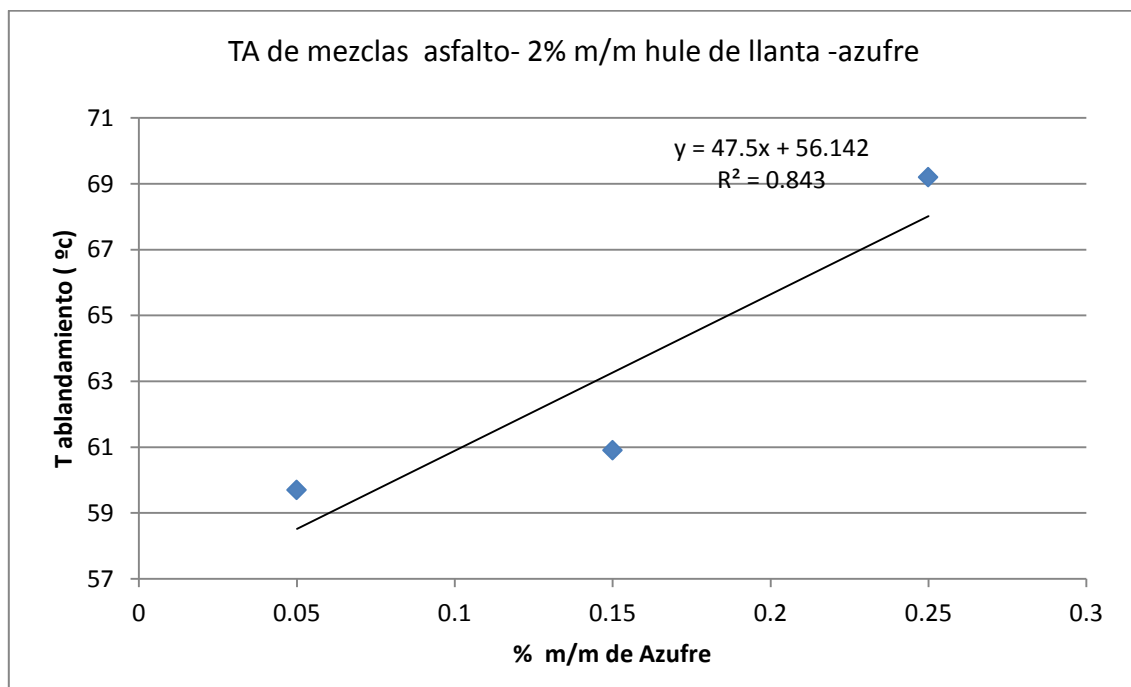


Figura 35. Influencia del porcentaje de Azufre en TA mezclas de asfalto – 2 %m/m hule de llanta-azufre

Nuevamente se observa que los coeficientes de correlación para las mezclas con 10 y 2% de hule de llanta son bajos.

En la tabla 21 se muestran el coeficiente de correlación, la pendiente y ordenada al origen de las correlaciones lineales que corresponden a la ecuación:

$$y = m x + b$$

Dónde:

y es la Temperatura de ablandamiento (°C)

x es el porcentaje peso de azufre en la mezcla.

Para las ecuaciones anteriores las unidades de la pendiente y ordenada al origen son las siguientes:

$$m = \left(\frac{^{\circ}\text{C}}{\% \frac{m}{m} \text{ de azufre}} \right)$$

$$b = (^{\circ}\text{C})$$

Tabla 21. Pendiente y ordenada al origen de las correlaciones lineales de las figuras 33,34 y 35.

% m/m Hule de llanta	m	b (°C)	r ²
2	47.5 ± 20.496	56.142 ± 3.500	0.843
10	57 ± 27.713	63.05 ± 4.733	0.809
15	62 ± 1.732	75.4 ± 0.296	0.999

Se aprecia que el porcentaje de azufre adicionado a las mezclas hule de llanta-azufre aumenta la TA directamente proporcional, para las distintas concentraciones de hule de llanta estudiadas (15,10 y 2 %m/m).

De esta manera el efecto del aumento de la temperatura de ablandamiento (figura 36), se ve intensificado al agregar azufre a las mezclas de asfalto-hule de llanta, con lo que disminuye la tendencia a fluir de estos materiales debido al aumento de

temperatura, mejorando las propiedades de desempeño del asfalto aplicado a carreteras.

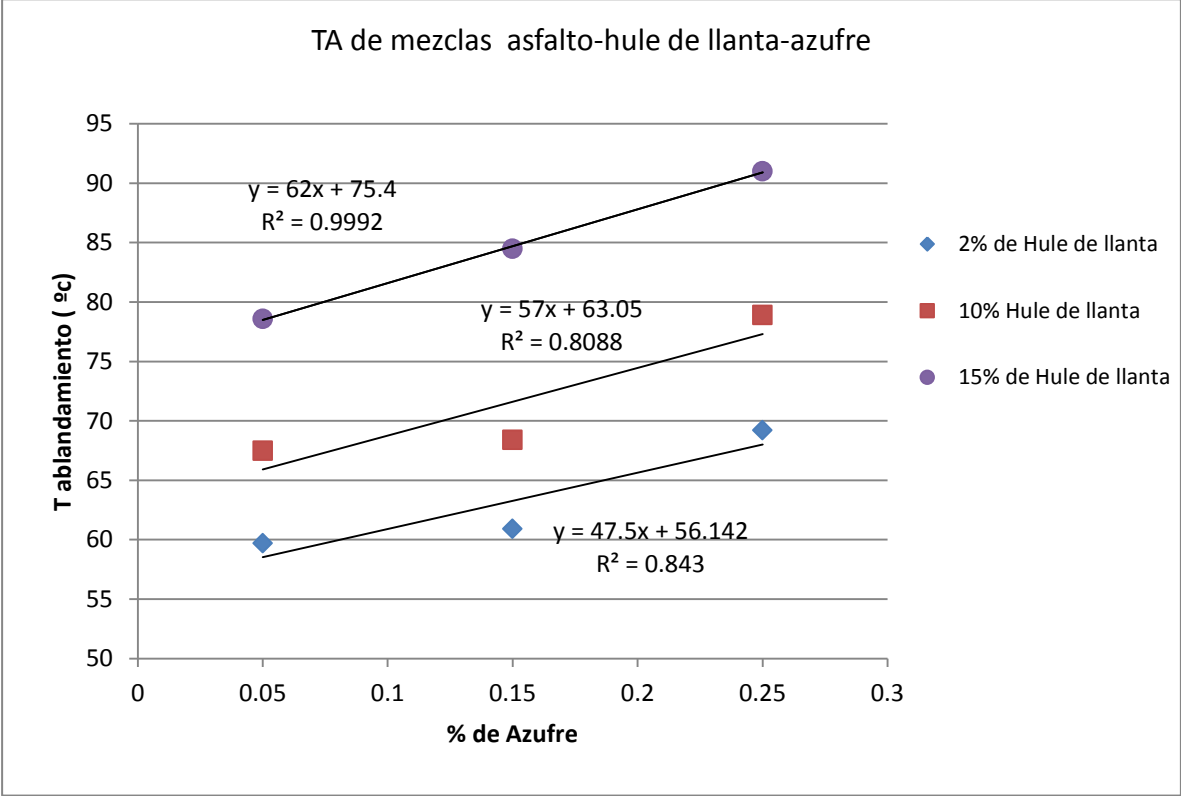


Figura 36. Influencia del porcentaje de azufre en TA mezclas de asfalto –hule de llanta- azufre

4.4 Índice de penetración

Como se mencionó anteriormente el índice de penetraciones es un parámetro adimensional que establece criterios para estimar la susceptibilidad térmica del material asfáltico (2).

El IP se calcula con la siguiente fórmula:

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

$$B = \log \frac{800}{\frac{PEN_{25}}{TA - 25}}$$

En donde:

PEN₂₅ es el valor de la prueba de penetración a temperatura estándar (25°C)

TA es la temperatura de ablandamiento.

Tabla 22. Clasificación de los cementos asfálticos en función del IP

Valores de IP	Características del asfalto con dicho valor IP
IP > +1	Son mezclas de 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
-1 < IP < +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.

Esta clasificación se aplicó a las muestras trabajadas, lo cual se menciona a continuación.

4.4.1 Asfalto-Azufre

En la tabla 24 se presenta el índice de penetración de cuatro muestras: una de asfalto sin aditivos (A) y tres de asfalto modificado con diferentes cantidades de azufre (S05, S15, S25).

Tabla 23. IP de las mezclas asfalto-hule de llanta- azufre

	%Hule llanta	% azufre	B	IP	Clasificación
A	0	0	0.052	-1.7	2
S05		0.05	0.038	0.4	3
S15		0.15	0.038	0.3	3
S25		0.25	0.037	0.4	3

Tomado en cuenta los criterios para la interpretación de los índices de penetración (tabla 23) se observa que las mezclas asfalto-azufre, pertenecen al grupo de

mezclas asfálticas mayoritariamente empleadas en construcción de carpetas asfálticas.

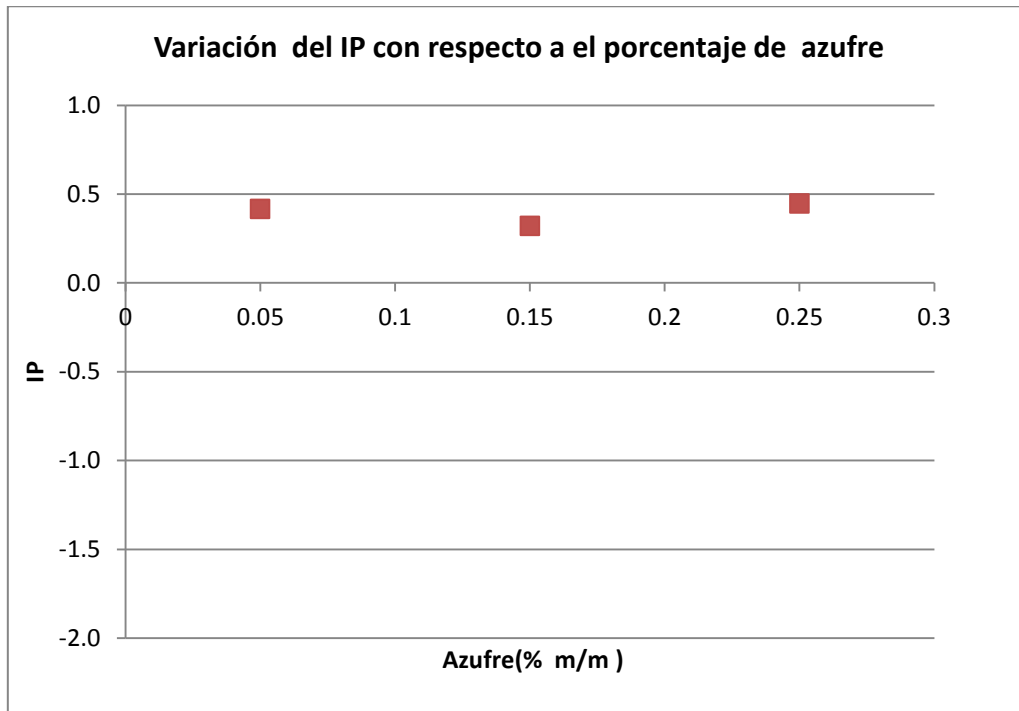


Figura 37. Variación de IP con respecto al %m/m azufre.

En la figura 37 se tienen los mismos resultados de la tabla 24 y en esta se ve que el asfalto modificado aumenta su índice de penetración con respecto al asfalto sin aditivos, sin embargo este aumento es independiente al porcentaje añadido.

4.4.2 Asfalto- Hule de llanta

En la tabla 25 se presta el índice de penetración de cuatro muestras una (A) asfalto sin aditivos (A) y tres de asfalto modificado con diferentes cantidades de hule de llanta (H02, H10, H15).

Tabla 24. IP de las mezclas asfalto-hule de llanta- azufre

	%Hule llanta	% azufre	A	IP	Clasificación
A	0	0	0.052	-1.7	2
H2	2	0	0.036	0.8	3
H10	10	0	0.036	0.6	3

H15	15	0	0.028	2.4	1
-----	----	---	-------	-----	---

Comparando los valores de IP con los de la tabla 23, se ve que las mezclas H2 (2% de hule de llanta) y H10(10% de hule de llanta) pertenecen al grupo de las mezclas asfálticas que mayoritariamente se utilizan en la construcción de carreteras, mientras que la modificación con 15% de hule de llanta presenta poca susceptibilidad térmica, con cierta elasticidad.

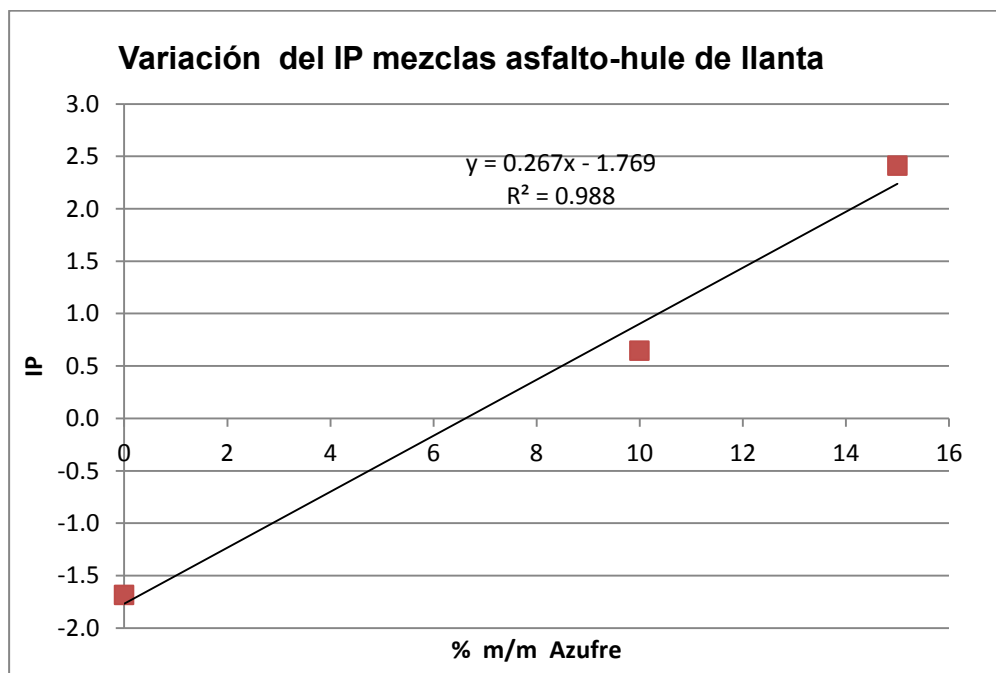


Figura 38. Variación de IP con respecto al %m/m hule de llanta.

El aumento del IP es directamente proporcional al porcentaje de hule de llanta adicionado a las modificaciones.

4.4.3 Asfalto- hule de llanta- azufre

En la tabla 26 se presenta el índice de penetración (PE) de 8 muestras: dos de asfalto –hule (H02, H10) y 6 de asfalto – hule de llanta-azufre (H02S05, H02S15, H02S25, H10S05, H10S15, H10S25).

Tabla 25. IP de las mezclas asfalto-hule de llanta- azufre

Muestra	%Hule llanta	% azufre	A	IP	Clasificación
H2	2	0	0.036	0.8	3

H02S05		0.05	0.040	0.0	3
H02S15		0.15	0.039	0.2	3
H02S25		0.25	0.033	1.4	1
H10	10	0	0.036	0.6	3
H10S05		0.05	0.038	0.4	3
H10S15		0.15	0.038	0.4	3
H10S25		0.25	0.031	1.7	1

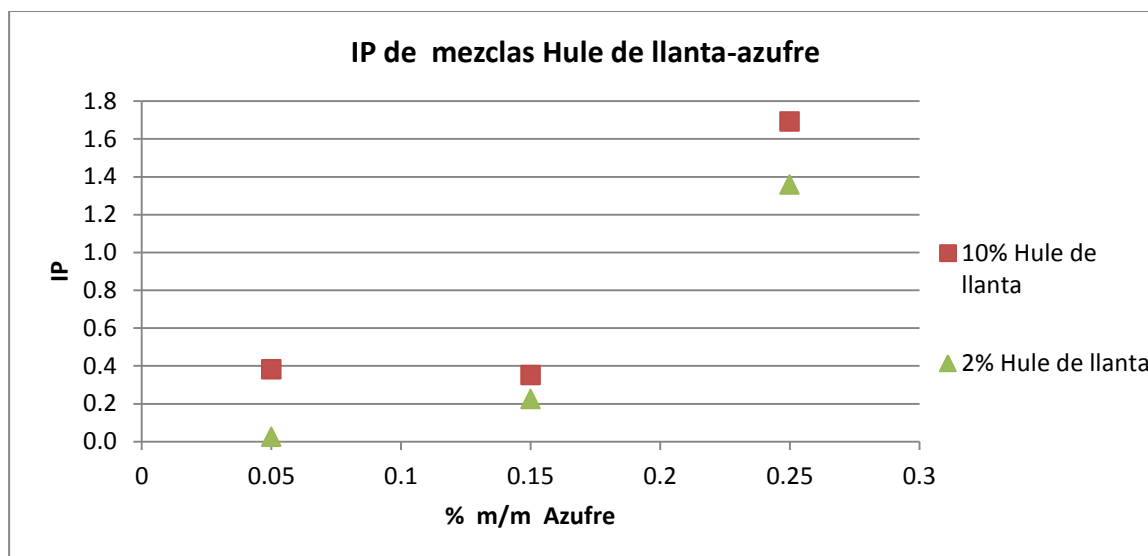


Figura 39. Variación del IP con respecto al % m/m de azufre

Al analizar los datos de la tabla 26 se ve que las mezclas asfalto-2% hule de llanta con azufre (0.05% y 0.15%) y asfalto-10 % hule de llanta con azufre (0.05% y 0.15%) tienen una susceptibilidad térmica intermedia encontrándose en el grupo de formulaciones asfálticas que comúnmente son empleadas en carpeta asfáltica

	%Hule llanta	% azufre	A	IP	Clasificación
H15	15	0	0.028	2.4	1
H15S05		0.05	0.033	1.3	1
H15S15		0.15	0.031	1.7	1
H15S25		0.25	0.034	1.2	1

Tabla 26. IP de las mezclas asfalto-hule de llanta- azufre

En la tabla 27 se presentan, por otra parte los índices de penetración de cuatro muestras una de asfalto –hule (H15) y tres de asfalto – hule de llanta-azufre

(H15S05, H15S15, H15S25). Estas mezclas tienen un comportamiento con poco susceptible a la temperatura con cierta elasticidad.

4.5 Fotografías de microscopia

4.5.1 Asfalto- hule de llanta

Las imágenes obtenidas mediante microscopia de fluorescencia de las muestras asfalto- hule de llanta 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 muestra en un campo oscuro . A continuación se muestra las imágenes obtenidas para los porcentajes de 2%, 5% y 10% m/m de hule adicionado.

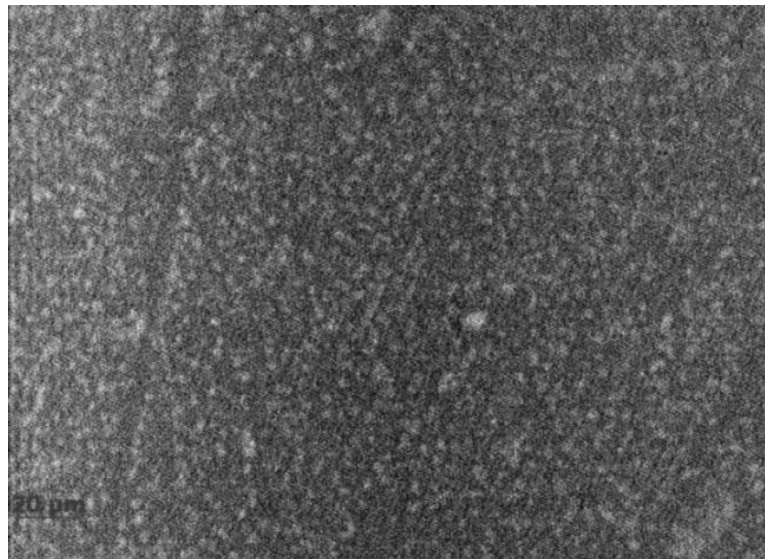


Figura 40. Imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-hule de llanta 2% m/m (20X)

De acuerdo con la figura 20 (H2_20X), correspondiente a una imagen de la muestra H2 obtenida con el lente 20X, la imagen de fluorescencia muestra que el hule se hincha con maltenos, el hule hinchado ocupa gran volumen.

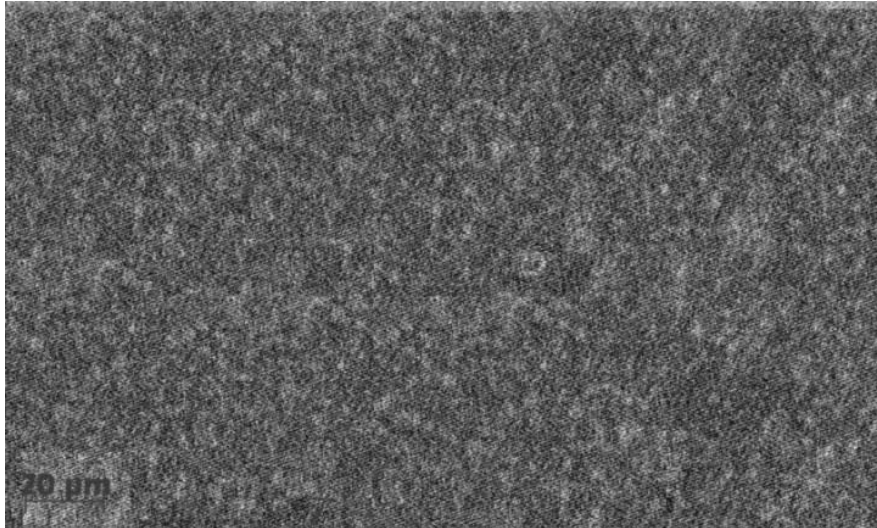


Figura 41. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-hule de llanta 10% m/m
(20X)

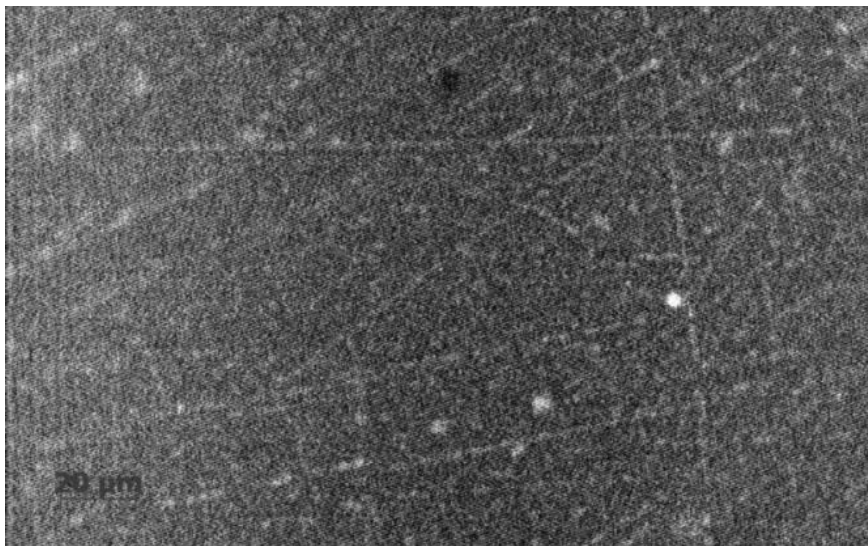


Figura 42. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-hule de llanta 15% m/m
(20X)

A concentraciones mayores de hule (10% y 15%) se presentan aglomeraciones de hule hinchado con máltenos.

4.5.2 Asfalto- azufre

A continuación se muestran las fotografías obtenidas para las mezclas de asfalto-azufre para los porcentajes de 0.25%, 0.15% y 0.05% m/m. De acuerdo con las figuras: 26, 27 y 28, se observa que el azufre fluoresce, mostrando una coloración clara en contraste con el asfalto que absorbe la radiación ultravioleta y no emite fluorescencia lo cual se muestra en un campo oscuro; por ende conforme aumenta la concentración de azufre aumenta la zona iluminada en las imágenes.

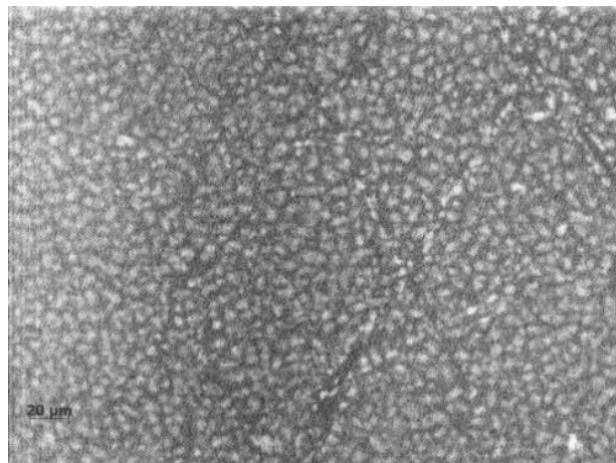


Figura 43. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Azufre 0.05% m/m (20X)

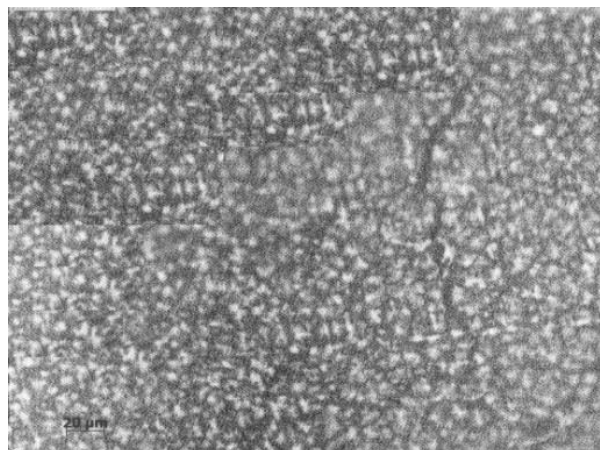


Figura 44. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Azufre 0.15% m/m (20X)

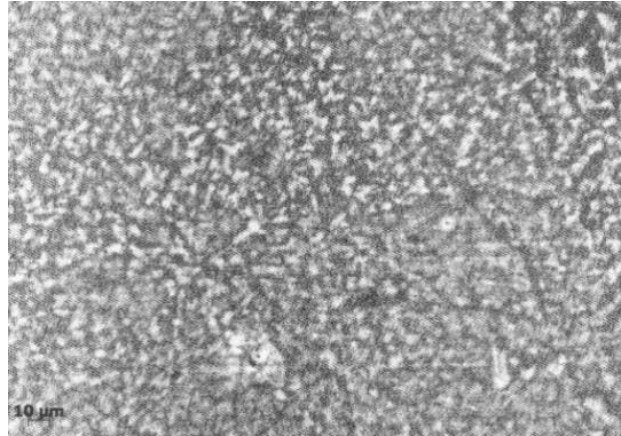


Figura 45. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Azufre 0.25% m/m (20X).

4.5.3 Asfalto- hule de llanta- azufre

En las mezclas asfalto- azufre- hule de llanta se presentó una morfología bifásica con una fase rica en hule hinchado con máltenos principalmente y otra, asfaltenica constituida por los asfaltenos y maltenos que no se mezclaron con el hule de llanta, principalmente hidrocarburos saturados y resinas.

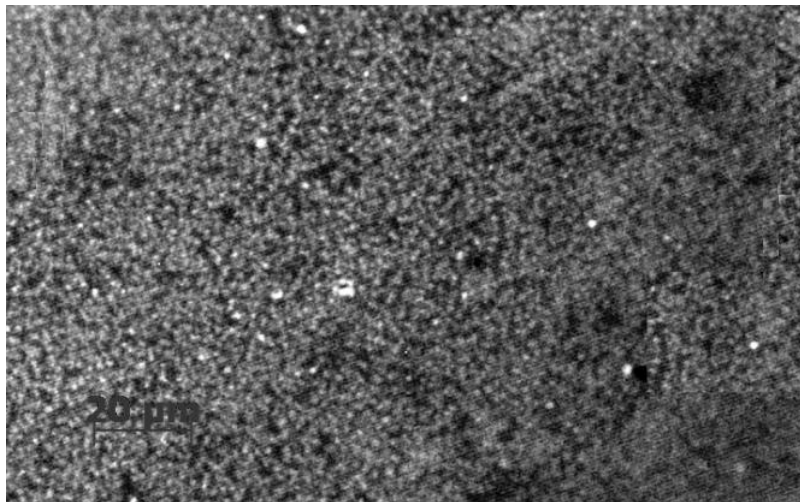


Figura 46. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.05% m/m) 20X

El efecto del azufre sobre el asfalto modificado hace que el hule hinchado presente una tendencia a formar filamentos o alineaciones, por lo que un incremento en la

proporción de azufre en las mezclas resultar en la formación de aglomerados de hule hinchado.

A continuación se muestra tres fotografías de las mezclas asfálticas con 15% de hule de llanta para los diferentes porcentajes de azufre empleados..

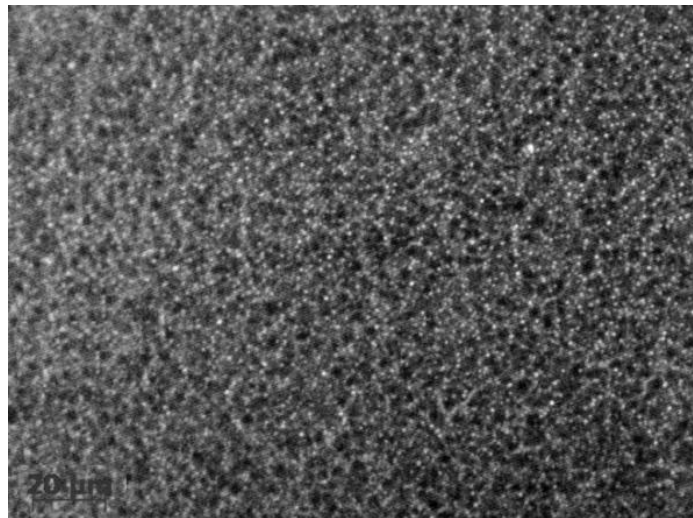


Figura 47. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.15% m/m) 20X

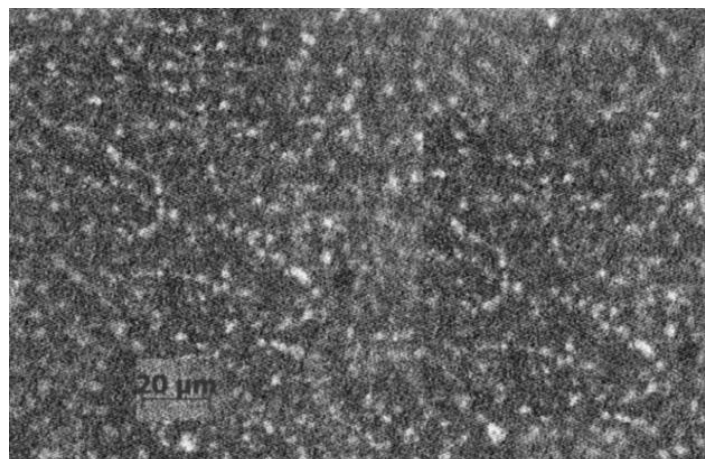


Figura 48. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.25% m/m) 20X.

4.6 Prueba de segregación

En la tabla 28 se presentan la temperatura de ablandamiento (TA) de las mezclas que fueron modificadas con 0.25% de azufre (S25, H10S25,H15S25) y las TA de los segmentos superior (cabeza) e inferior (cola) de las mismas, después de haber sido sometidas a la prueba de estabilidad.

Estos mismos datos se observan en la figura 49.

Muestra	TA (°C)	TA cola (°C)	TA cabeza (°C)	Segregación
H2S25	69.2	71	69.6	NO
H10S25	78.9	77.4	78.9	NO
H15S25	91	90.3	90.5	NO

Tabla 27. Datos de temperatura de ablandamiento de cola y cabeza de mezclas asfalto-hule de llanta – azufre

Los datos obtenidos de la aplicación de la prueba de temperatura de ablandamiento en las muestras (tabla 13), bajo el criterio de la norma ASTM D36 muestran que no hay segregación en las modificaciones. De esta manera se ve que bajo condiciones de almacenamiento las mezclas con 0.25% azufre presentan una gran estabilidad.

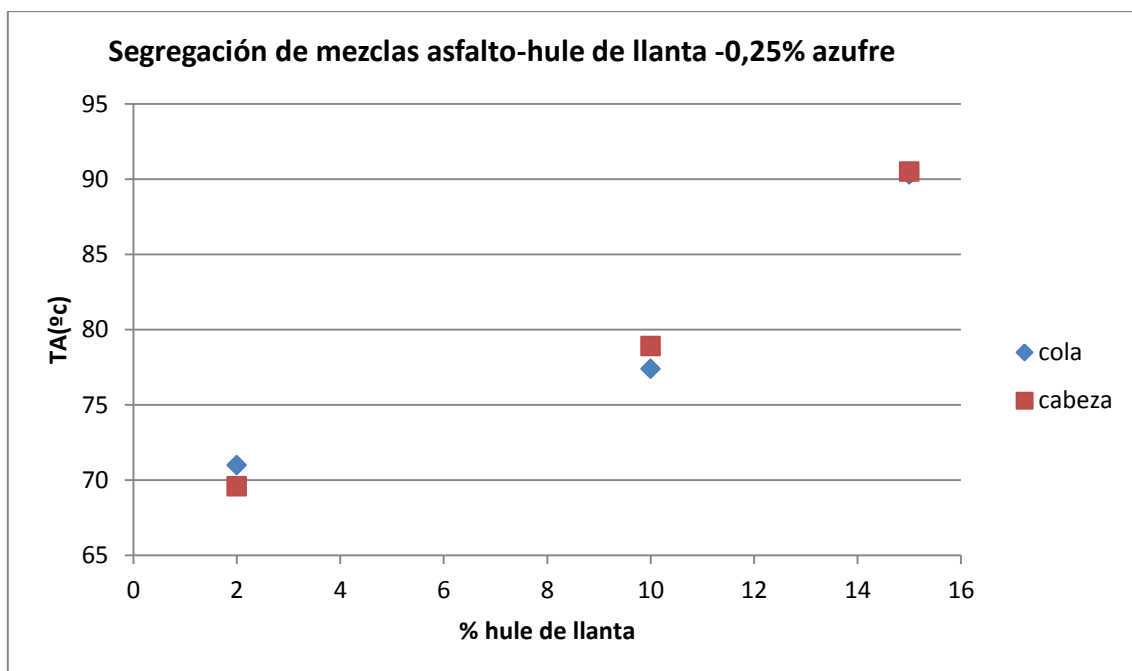


Figura 49. TA (°C) de cola y cabeza de mezclas asfalto-hule de llanta -0.25% azufre

5 Conclusiones

La penetración disminuye en forma directamente proporcional con respecto a la adición de azufre en las mezclas asfalto-azufre.

Al adicionar azufre en las mezclas se obtienen un aumento en la temperatura de ablandamiento con respecto al asfalto sin aditivos, sin embargo al tomar en cuenta la norma ASTM D36, se observa que este cambio es independiente a la cantidad adicionada de azufre.

De esta manera, el asfalto modificado con azufre aumenta su índice de penetración con respecto al asfalto sin aditivos, pero este aumento es independiente al porcentaje añadido, tomando como base el intervalo de concentración de azufre considerado en este estudio.

Es posible usar microscopia de fluorescencia para identificar la morfología superficial de las mezclas asfalto-azufre, ya que el azufre fluoresce, mostrando una coloración clara en contraste con el asfalto que absorbe la radiación ultravioleta y no emite fluorescencia.

Las modificaciones de asfalto con azufre muestran cambios considerados como una mejoría en sus propiedades termomecánicas y son clasificadas con respecto a su IP dentro del grupo de mezclas mayoritariamente empleadas en construcción de carpetas asfálticas.

Con respecto a las mezclas asfalto- hule de llanta, se disminuye la penetración y aumenta la temperatura de ablandamiento de manera directamente proporcional a la cantidad de hule de llanta incorporado, por lo que estas mezclas presentan una disminución de sensibilidad térmica y mayor dureza, lo cual se reflejaría en un mejor desempeño en su aplicación como carpeta vehicular. Por ende el aumento del IP es directamente proporcional al porcentaje de hule de llanta adicionado a las modificaciones.

Al emplear la microscopia de fluorescencia en estas mezclas, el hule fluoresce, mostrando una coloración clara en contraste con el asfalto que absorbe la radiación ultravioleta y no emite fluorescencia lo cual se muestra en un campo oscuro

Al agregar ambos agentes modificadores en el asfalto, el aumento de la dureza y temperatura de ablandamiento mostrados al agregar individualmente se ven mejorados, es decir la disminución de la penetración y el aumento de la temperatura de ablandamiento mostradas por las mezclas asfalto-hule de llanta se ven intensificadas al agregarles azufre. Por lo que se puede considerar la existencia de un efecto sinérgico presente en el sistema hule-azufre en la modificación de asfalto.

Para una concentración de 0.25% m/m de azufre en las mezclas hule llanta- asfalto se encuentra que las modificaciones presentan una gran estabilidad bajo condiciones de almacenamiento a altas temperatura (180 °C). Este resultado es importante pues las mezclas podrán ser almacenadas en planta y trasladadas al sitio de aplicación sin que se presente segregación de fases.

En las imágenes obtenidas mediante microscopia de fluorescencia, se aprecia que el efecto del azufre sobre el asfalto modificado con hule de llanta propicia que las partículas de hule hinchado interaccionen y presenten una tendencia a formar filamentos o alineaciones, por lo que se presenta la posibilidad de que un incremento en la concentración de azufre pueda resultar en la formación de aglomerados de hule hinchado.

En todas las mezclas efectuadas, las propiedades termomecánicas temperatura de ablandamiento y penetración presentaron cambios propicios para mejorar las propiedades de desempeño en carpetas de rodamiento vehicular del asfalto modificado resultante, por lo que se disminuye tanto la tendencia del material a fluir a altas temperaturas como la sensibilidad térmica a bajas temperaturas, incrementándose la resistencia a la fractura. De esta manera las mezclas asfálticas obtenidas son idóneas para su empleo como materia prima en la construcción de carreteras.

A partir de estos resultados en posteriores trabajos, se podría realizar más pruebas a cerca de la estabilidad de las mezclas bajo condiciones de almacenamiento estático para 0.05 %m/m y 0.15 %m/m de azufre, con el fin de observar el efecto de la concentración en la estabilidad de las mezclas.

I Bibliografía

1. **López Urtusuástegui, José Jorge.** Asociación Mexicana del Asfalto, A.C. [En línea] 2012. [Citado el: 01 de Agosto de 2015.] http://cicm.org.mx/wp-content/files_mf/amaacylospavimentosflexiblesdemexico2030.pdf.
2. **Coatl Lorenzo, Alejandra.** "*Estudio de propiedades termomecánicas de mezclas asfalto-hule de llanta*". D.F, Mexico. : Tesis UNAM, Facultad de Química, 2013.
3. **Ruiz Trejo, Rodolfo.** "*Estudio del comportamiento reológico de mezclas maltenos- copolímeros en bloque de estireno-butadieno con microestructura definida, empleando curvas maestras obtenidas mediante pruebas oscilatorias de pequeña amplitud en flujo cortante simple*". D.F, México. : Tesis UNAM, Facultad de química, 2013.
4. *Recycled Tyre Rubber Modified Bitumens for road asphalt mixtures: A literature review.* **Lo Presti, Davide.** 863-881, Universidad de Nottingham Reino Unido : Construction and Building Materials, 2013, Vol. 49.
5. **Secretaria del Medio Ambiente, Gobierno del Distrito Federal.** "Llantas usadas diagnostico de la situación actual en el distrito federal (2002)". *Secretaria del Medio Ambiente, Gobierno del Distrito Federal.* [En línea] 20 de Octubre de 2002. http://residuossolidos.df.gob.mx/work/sites/tdf_rs/resources/LocalContent/54/2/LLANTAS_USADAS_DIAG.pdf.
6. **ASTM D8, The American Society for Testing and Materiales.** The American Society for Testing and Materials standard Terminology Relating to Materials for Roads and pavements. 1991.
7. **Velázquez, Manuel.** *Manual del asfalto.* Bilbao,España : The asphal Institute,URMO, 1973.
8. **Carranza Gallardo, Alexa.** "*Modificación de asfalto con polietilenos funcionalizados con anhídrido maleico*". D.F, México. : Tesis UNAM, Facultad de Química, 2013.

9. **García Gusmán , Gustavo.** *"Caracterización de asfaltos modificados con copolímero tipo SB y SBS puros y parcialmente hidrogenados mediante índice de penetración y morfología"*. D.F, México : Tesis UNAM, Facultad de Química, 2008.
10. *The colloidal structure of bitumen: Consequence on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification.* **Lesueur, Didier.** 42-82, s.l. : Advances in colloid and interface Science , Septiembre 2009., Advances in Colloid and Interface Science, Vol. 145.
11. **Avila Torres, Sergio.** *"Efecto de la hidrogenación de copolímeros de estireno-butadieno(SB y SBS) sobre la morfología y propiedades de desempeño de asfalto AC-20 (salamanca PEMEX) modificado"*. D.F, Mexico. : Tesis UNAM, Facultad de química, 2007.
12. **Mercado, Ronald, Bracho, Carlos y Avedaño, Jorge.** *"Emulsiones asfálticas usos-rompimientos"*. Mérida Venezuela : Laboratorio de formulación, interfase, Reología y procesos, Universidad de los Andes, 200.
13. **Vargas, Patricia Cruz.** *"Caracterización termomecánica de mezclas asfalto/ hule de llanta estabilizadas con un copolímero radial de estireno-butadieno"*. D.F, México. : Tesis UNAM, Facultad de Química, 2014.
14. **ASTMD 4124, The American Society for Testing and Materials.** Standar Test Methods for Separation of Asphalt into Four Fractions. s.l. : ASTMD 4124, 1986.
15. **Apáez Herrera, Luis Alberto.** *" Estudio del comportamiento termo-mecánico de asfaltos modelo modificados con un polímero lineal dibloque de tipo SB"*. DF, México. : Tesis UNAM, Facultad de química, 2007.
16. **Martínez Estrada, Abigail.** *Efecto del azufre sobre las propiedades Mecánicas de Asfalto modificado con polímero del tipo Sb y SBS.* México. : (Tesis inédita de doctorado) UNAM, Facultad de Química., 2003.
17. **Gonzaga Pérez, Miriam.** *"Efecto de la relación asfaltenos/maltenos sobre las propiedades de asfalto modificado con SBS"*. D.F, México. : Tesis UNAM, Facultad de química, 2007.

18. **Olivos Peralta , Eliot Uriel.** *"Estudio de asfalto modificado con polímero tipo SBS y micro-esfera de óxido de silicio"*. D.F, México. : Tesis UNAM, Facultad de química, 2013.
19. <http://www.eapa.org/>. [En línea] [Citado el: 06 de Junio de 2015.]
<http://www.eapa.org/promo.php?c=172>.
20. **Virudes Delgadillo, Jorgue Octavio.** *"Estudio de las propiedades mecanicas a baja temperatura (CREEP) de asfalto modificado con copolimero modelo de estireno-butadieno"*. D.F, México. : Tesis UNAM, Facultad de química, 2004.
21. **Vargas Hernández, María de los Angeles.** *"Estudio de la modificación de asfalto con polímeros parcialmente hidrogenados"*. D.F, México. : Tesis UNAM, Facultad de química, 2005.
22. **Seymour , Raimond B. y Carrarher,Jr., Charles E.** *Introducción a la Química de los Polímeros*. Barcelona, España : Reverté, S.A., 1998.
23. **Kalpakjia, Serope y Schmid, Steve R.** *Manufactura, ingeniería y tecnología*. México : Pearson Educación, 2002.
24. **Groover, Mikell P.** *Fundamentos de Manufactura Moderna: materiales, procesos y sistemas*. Estado de México, México. : Pretice Hall, 1997.
25. Michelin. [En línea] [Citado el: 05 de Agosto de 2015.]
<http://toutsurlepneu.michelin.com/>.
26. **Riba Romeva, Carles.** *Selección de materiales en el diseño de máquinas*. España, Barcelona. : Virtuals, 2008.
27. **Challa, Ger.** *Polymer Chemistry. An introduction*. Londres, Reino Unido. : Ellis Horwood, 1993.
28. **González García, Esteban Alberto.** *" Estudio de la modificación de asfalto con polímeros parcialmente hidrogenados y azufre"*. D.F, México. : Tesis UNAM, Facultad de química, 2012.
29. **Lund, Herbert.** *The I recycling handbook*. México : McGraw-Hill, 1998.

30. VAIBHAV RUBBERS PRIVATE LTD. [En línea] [Citado el: 26 de Agosto de 2015.] <http://www.vaibhavrubbers.in/crumb-rubber-228694.html>.
31. **ASTM D5, The American Society for Testing and Materiales.** “Standar Test Method for penetration of Bituminous Materials ”ASTM D5. 1986.
32. **Salger, Jean- Louis.** “uso de los surfactantes en la industria petrolera”. *Universidad de los Andes, Mérida Venezuela.* [En línea] 2008. <http://www.firp.ula.ve/archivos/cuadernos/S350A.pdf>.
33. **ASTM D36, The American Society for Testing and Materials.** The American Society for TestStandard test method for softening point of bitumen (Ring and Ball Apparatus). s.l. : ASTM D36, 1986.
34. **García Eiler, Luciana Martina.** [En línea] 2009. [Citado el: 7 de Mayo de 2015.] http://lemac.frlp.utn.edu.ar/wp-content/uploads/2011/10/Tesis2009_Luciana-Garcia-Eiler.pdf.
35. **Martinez Nistal, Ángel, Sampedro, Andrés y de los Toyos, J. R. .** *Técnicas de fluorescencia en microscopía y citometría.* Principado de Asturias, España. : Universidad de Oviedo, 1995.
36. **ASTM D36, The American Society for Testing and Materials.** 2. The American Society for TestStandard test method for softening point of bitumen (Ring and Ball Apparatus). s.l. : ASTM D36, 1986.
37. **ASTM D7173, The American Society for Testing and Materials.** Standard Practice for Determining the separation Tendency Polymer from Polymer Modified Asphalt. 2011.
38. **Federal, Gobierno del Distrito.** <http://residuossolidos.df.gob.mx/>. [En línea] http://residuossolidos.df.gob.mx/work/sites/tdf_rs/resources/LocalContent/54/2/LLANTAS_USADAS_DIAG.pdf.
39. **Hernández, Daniel.** Arde tiradero clandestino de llantas en zona de chiltepeque. *Milenio* . 20/02/2014.

40. **Mercado, Bracho R.** Emulsiones Asfálticas Usos y rompimientos. Laboratorio de Formulación, interfaces Reología y Procesos. . *Universidad de los Andes*. [En línea] 2008. <http://www.firp.ula.ve/archivos/cuadernos/S365A.pdf>.

41. **Peña Avila, Ariel Mauricio Antonio.** *“Estudio del comportamiento termomecánico de asfaltos con diferente relación asfaltenos/maltenos modificados con un copolímero radial de alto peso molecular de estireno-butadieno para su aplicación en carpetas de rodamiento vehicular”*. México : Facultad de Química, UNAM., 2013.

42. *The colloidal structure of bitumen: Consequence on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification.* **Lesueur, Didier.** 1. Didier Lesueur . The colloidal structure of bitumen: Consequence on the rheology Septiembre 2009. , Advances in Colloid and Interface Science.

5.1 Anexo I

Microscopia de fluorescencia de las mezclas asfalto- hule de llanta-azufre.

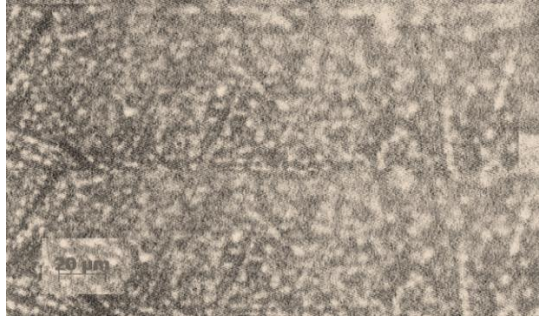


Figura 50. Imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(2% m/m) – Azufre(0.05% m/m) 20X



Figura 51. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(2% m/m) – Azufre(0.15% m/m) 20X

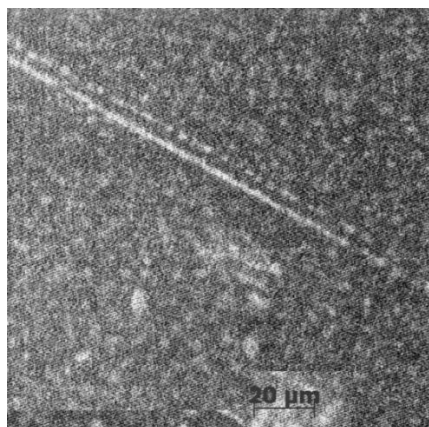


Figura 52. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(2% m/m) – Azufre(0.25% m/m) 20X

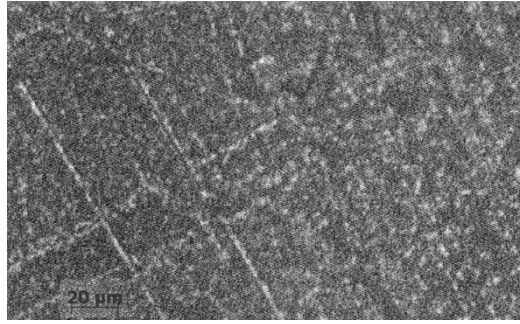


Figura 53. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(10% m/m) – Azufre(0.05% m/m) 20X

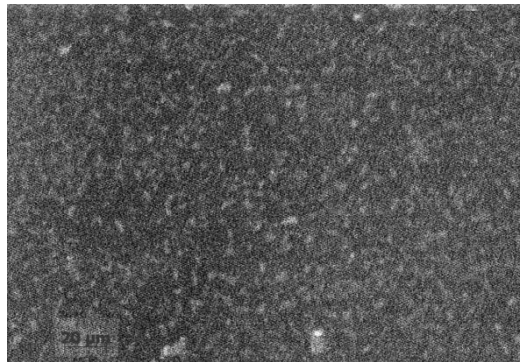


Figura 54. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(10% m/m) – Azufre(0.15% m/m) 20X



Figura 55. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(10% m/m) – Azufre(0.25% m/m) 20X.

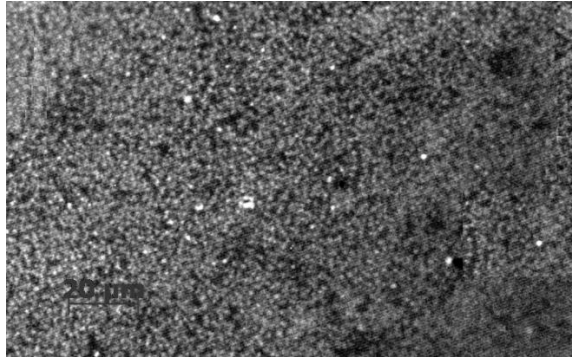


Figura 56. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.05% m/m) 20X

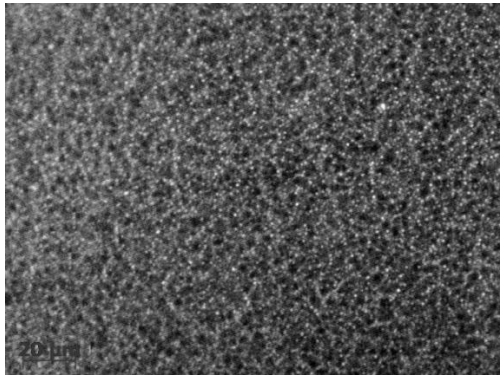


Figura 57. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.15% m/m) 20X

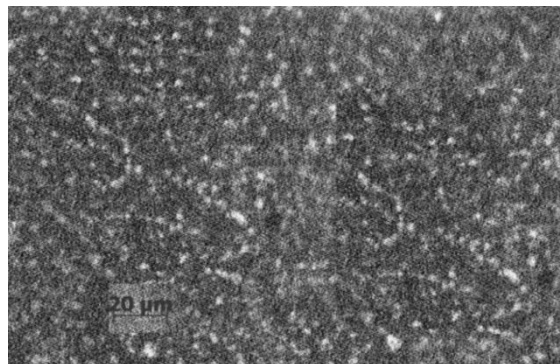


Figura 58. imagen de microscopía de fluorescencia de la mezcla Asfalto-Hule de llanta(15% m/m) – Azufre(0.25% m/m) 20X

5.2 Anexo II

Regresión lineal de las mezclas asfálticas.

El método de los mínimos cuadrados permite determinar los parámetros que mejor ajustan una relación entre dos variables. A continuación se muestran las ecuaciones empleadas.

$$1. \quad m = \frac{\sum x_i y_i - (\sum y_i * \sum x_i)}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

$$2. \quad b = \frac{\sum x_i^2 * \sum y_i - (\sum x_i * \sum x_i y_i)}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

$$3. \quad \sigma_y = \sqrt{\frac{\sum (y_i - b - mx_i)^2}{n-2}}$$

$$4. \quad ub = \sigma_y \sqrt{\frac{\sum x_i^2}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}}$$

$$5. \quad um = \sigma_y \sqrt{\frac{n}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}}$$

Prueba de penetración (PE)

En las siguientes tablas se presentan los datos para de la pendiente, ordenada al origen e incertidumbre de los datos de penetración, para los distintos porcentajes empleados.

Asfalto-Azufre

%m/m de hule llanta	%m/m de azufre	±	Promedio de penetración (1/10 mm)	±				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x ²	y ²	(yi-b-mXi) ²
0.00	0.00	0.001	43.778	1.346	0.000	0.000	1916.494	1.011
0.00	0.05	0.001	40.333	2.415	2.017	0.003	1626.778	1.069
0.00	0.15	0.001	38.111	1.806	5.717	0.023	1452.457	0.199
0.00	0.25	0.001	36.222	1.979	9.056	0.063	1312.049	0.225

Σx	Σy	Σxy	Σx ²	Σy ²	Σ(yi-b-mXi) ²	σy	n
0.45	158.44	16.79	0.09	6307.78	2.505	1.12	4

m	-28.10
b	42.77
r ²	0.921

Ub	0.862
Um	5.828

Asfalto- Hule de llanta

% m/m azufre	%m/m hule de llanta	±	Promedio de penetración (1/10 mm)	±				
	%m/m	%m/m	1/10 mm	1/10 mm				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x ²	y ²	(yi-b-mXi) ²
0.00	0.00	0.001	43.8	1.3	0.000	0.000	1916.494	0.339
0.00	2.00	0.001	41.6	1.4	83.111	4.000	1726.864	1.429
0.00	10.00	0.001	23.0	1.8	230.000	100.000	529.000	1.854
0.00	15.00	0.001	15.1	1.6	226.667	225.000	228.346	0.560

Σx	Σy	Σxy	Σx ²	Σy ²	Σ(yi-b-mXi) ²	σy	n
27.00	123.44	539.78	329.00	4400.70	4.182	1.45	4

m	-2.00
b	44.36
r	0.99292455
Ub	1.083
Um	0.119

Asfalto- hule de llanta- azufre a proporción constante de hule de llanta.

%m/m de hule llanta	%m/m de azufre	±	Promedio de penetración (1/10 mm)	±				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x^2	y^2	$(y_i - b - mX_i)^2$
2.00	0.00	0.001	41.556	1.352	0.000	0.000	1726.864	4.609
2.00	0.05	0.001	34.333	1.428	1.717	0.003	1178.778	7.674
2.00	0.15	0.001	32.667	1.382	4.900	0.023	1067.111	0.030
2.00	0.25	0.001	28.333	2.224	7.083	0.063	802.778	0.203

Σx	Σy	Σxy	Σx^2	Σy^2	$\Sigma (y_i - b - mX_i)^2$	σ_y	n
0.45	136.89	13.70	0.09	4775.53	12.516	2.50	4

m	-46.10
b	39.41
r^2	0.862

Ub	1.927
Um	13.027

%m/m de hule llanta	%m/m de azufre	±	Promedio de penetración (1/10 mm)	±				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x ²	y ²	(yi-b-mXi) ²
10.00	0.00	0.001	23.000	1.758	0.000	0.000	529.000	0.865
10.00	0.05	0.001	19.889	1.828	0.994	0.003	395.568	0.921
10.00	0.15	0.001	18.000	1.457	2.700	0.023	324.000	0.165
10.00	0.25	0.001	16.400	1.695	4.100	0.063	268.960	0.190

Σx	Σy	Σxy	Σx ²	Σy ²	Σ(yi-b-mXi) ²	σy	n
0.45	77.29	7.79	0.09	1517.53	2.142	1.03	4

m	-24.42
b	22.07
r ²	0.911

Ub	0.797
Um	5.389

%m/m de hule llanta	%m/m de azufre	±	Promedio de penetración (1/10 mm)	±				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x ²	y ²	(yi-b-mXi) ²
15.00	0.00	0.001	15.111	1.586	0.000	0.000	228.346	0.128
15.00	0.05	0.001	13.111	1.752	0.656	0.003	171.901	0.167
15.00	0.15	0.001	11.333	1.167	1.700	0.023	128.444	2.930
15.00	0.25	0.001	4.778	1.203	1.194	0.063	22.827	0.894

Σx	Σy	Σxy	Σx ²	Σy ²	Σ(yi-b-mXi) ²	σy	n
0.45	44.33	3.55	0.09	551.52	4.119	1.44	4

m	-38.98
b	15.47
r ²	0.936

Ub	1.105
Um	7.474

Asfalto- hule de llanta- azufre a proporción constante de azufre

%m/m de azufre	%m/m de hule de llanta	\pm	Promedio de penetración (1/10 mm)	\pm				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x^2	y^2	$(y_i - b - mX_i)^2$
0.05	0.00	0.00	40.33	2.41	0.000	0.000	1626.778	1.799
0.05	2.00	0.00	34.33	1.43	68.667	4.000	1178.778	1.168
0.05	10.00	0.00	19.89	1.83	198.889	100.000	395.568	1.473
0.05	15.00	0.00	13.11	1.75	196.667	225.000	171.901	0.909

Σx	Σy	Σxy	Σx^2	Σy^2	$\Sigma (y_i - b - mX_i)^2$	σ_y	n
27.00	107.67	464.22	329.00	3373.02	5.349	1.64	4

m	-1.79
b	38.99
r^2	0.988

Ub	1.224
Um	0.135

%m/m de azufre	%m/m de hule de llanta	±	Promedio de penetración (1/10 mm)	±				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x ²	y ²	(yi-b-mXi) ²
0.15	0.000	0.001	38.111	1.806	0.000	0.000	1452.457	1.221
0.15	2.000	0.001	32.667	1.382	65.333	4.000	1067.111	0.625
0.15	10.000	0.001	18.000	1.457	180.000	100.000	324.000	1.589
0.15	15.000	0.001	11.333	1.167	170.000	225.000	128.444	0.894

Σx	Σy	Σxy	Σx ²	Σy ²	Σ(yi-b-mXi) ²	σy	n
27.00	100.11	415.33	329.00	2972.01	4.329	1.47	4

m	-1.77
b	37.01
r	0.991

Ub	1.101
Um	0.121

%m/m de azufre	%m/m de hule de llanta	±	Promedio de penetración (1/10 mm)	±				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x^2	y^2	$(y_i - b - mX_i)^2$
0.25	0.000	0.001	36.222	1.979	0.000	0.000	1312.049	2.615
0.25	2.000	0.001	28.333	2.224	56.667	4.000	802.778	5.613
0.25	10.000	0.001	16.400	1.695	164.000	100.000	268.960	1.713
0.25	15.000	0.001	4.778	1.203	71.667	225.000	22.827	0.310

Σx	Σy	Σxy	Σx^2	Σy^2	$\Sigma (y_i - b - mX_i)^2$	σ_y	n
27.00	85.73	292.33	329.00	2406.61	10.250	2.26	4

m	-1.95
b	34.61
r	0.982

Ub	1.695
Um	0.187

Prueba de temperatura de ablandamiento (TA)

En las siguientes tablas se presentan los datos para de la pendiente, ordenada al origen e incertidumbre de los datos de temperatura de ablandamiento, para los distintos porcentajes empleados.

Asfalto – azufre

%m/m de hule llanta	%m/m de azufre	\pm	Promedio de penetración (1/10 mm)	\pm				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x^2	y^2	$(y_i - b - mX_i)^2$
0	0.05	0.001	59.5	0.1	2.975	0.003	3540.250	0.018
0	0.15	0.001	59.7	0.1	8.955	0.023	3564.090	0.071
0	0.25	0.001	60.7	0.1	15.175	0.063	3684.490	0.018

Σx	Σy	Σxy	Σx^2	Σy^2	$\Sigma (y_i - b - mX_i)^2$	σ_y	n
0.45	179.90	27.11	0.09	10788.83	0.107	0.33	3

m	6.00
b	59.07
r^2	0.871
Ub	0.394
Um	2.309

Asfalto –hule de llanta

%m/m de azufre	%m/m de hule de llanta	\pm	Promedio de penetración (1/10 mm)	\pm				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x^2	y^2	$(y_i - b - mX_i)^2$
0	0	0.001	49.2	0.1	0.000	0.000	2420.640	6.718
0	2	0.001	60.9	0.1	121.800	4.000	3708.810	24.357
0	10	0.001	67.6	0.1	676.000	100.000	4569.760	25.560
0	15	0.001	85.8	0.1	1287.000	225.000	7361.640	7.357

Σx	Σy	Σxy	Σx^2	Σy^2	$\Sigma (y_i - b - mX_i)^2$	σ_y	n
27.00	263.50	2084.80	329.00	18060.85	63.993	5.66	4

m	2.09
b	51.79
r^2	0.909

Ub	4.235
Um	0.467

Asfalto –hule de llanta-azufre a proporción constante de hule de llanta

%m/m de hule llanta	%m/m de azufre	±	Promedio de penetración (1/10 mm)	±				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x^2	y^2	$(y_i - b - mX_i)^2$
2.00	0.05	0.001	59.700	0.100	2.985	0.003	3564.090	1.400
2.00	0.15	0.001	60.900	0.100	9.135	0.023	3708.810	5.601
2.00	0.25	0.001	69.200	0.100	17.300	0.063	4788.640	1.400

Σx	Σy	Σxy	Σx^2	Σy^2	$\Sigma (y_i - b - mX_i)^2$	σ_y	n
0.45	189.80	29.42	0.09	12061.54	8.402	2.90	3

m	47.50
b	56.14
r^2	0.843

Ub	3.500
Um	20.496

%m/m de hule llanta	%m/m de azufre	\pm	Promedio de penetración (1/10 mm)	\pm				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x^2	y^2	$(y_i - b - mX_i)^2$
10.00	0.05	0.001	67.500	0.100	3.375	0.003	4556.250	2.560
10.00	0.15	0.001	68.400	0.100	10.260	0.023	4678.560	10.240
10.00	0.25	0.001	78.900	0.100	19.725	0.063	6225.210	2.560

Σx	Σy	Σxy	Σx^2	Σy^2	$\Sigma (y_i - b - mX_i)^2$	σ_y	n
0.45	214.80	33.36	0.09	15460.02	15.360	3.92	3

m	57.00
b	63.05
r^2	0.809

Ub	4.733
Um	27.713

%m/m de hule llanta	%m/m de azufre	\pm	Promedio de penetración (1/10 mm)	\pm				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x^2	y^2	$(y_i - b - mX_i)^2$
15.00	0.05	0.001	78.600	0.100	3.930	0.003	6177.960	0.010
15.00	0.15	0.001	84.500	0.100	12.675	0.023	7140.250	0.040
15.00	0.25	0.001	91.000	0.100	22.750	0.063	8281.000	0.010

Σx	Σy	Σxy	Σx^2	Σy^2	$\Sigma (y_i - b - mX_i)^2$	σ_y	n
0.45	254.10	39.36	0.09	21599.21	0.060	0.24	3

m	62.00
b	75.40
r^2	0.999

Ub	0.296
Um	1.732

Asfalto –hule de llanta-azufre a proporción constante de azufre

%m/m de azufre	%m/m de hule de llanta	±	Promedio de penetración (1/10 mm)	±				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x ²	y ²	(yi-b-mXi) ²
0.05	2	0.001	59.7	0.1	119.400	4.000	3564.090	0.931
0.05	10	0.001	67.5	0.1	675.000	100.000	4556.250	6.297
0.05	15	0.001	78.6	0.1	1179.000	225.000	6177.960	2.385

Σx	Σy	Σxy	Σx ²	Σy ²	Σ(yi-b-mXi) ²	σy	n
27.00	205.80	1973.40	329.00	14298.30	9.613	3.10	3

m	1.41
b	55.92
r ²	0.946
Ub	3.501
Um	0.334

%m/m de azufre	%m/m de hule de llanta	\pm	Promedio de penetración (1/10 mm)	\pm				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x^2	y^2	$(y_i - b - mX_i)^2$
0.15	2	0.001	60.9	0.1	121.800	4.000	3708.810	3.131
0.15	10	0.001	68.4	0.1	684.000	100.000	4678.560	21.164
0.15	15	0.001	84.5	0.1	1267.500	225.000	7140.250	8.015

Σx	Σy	Σxy	Σx^2	Σy^2	$\Sigma (y_i - b - mX_i)^2$	σy	n
27.00	213.80	2073.30	329.00	15527.62	32.309	5.68	3

m	1.73
b	55.66
r^2	0.888

Ub	6.419
Um	0.613

%m/m de azufre	%m/m de hule de llanta	\pm	Promedio de penetración (1/10 mm)	\pm				
	x	ΔX	Y	Δy	XY	x^2	y^2	$(y_i - b - mX_i)^2$
0.25	2	0.001	69.2	0.1	138.400	4.000	4788.640	0.876
0.25	10	0.001	78.9	0.1	789.000	100.000	6225.210	5.923
0.25	15	0.001	91	0.1	1365.000	225.000	8281.000	2.243

Σx	Σy	Σxy	Σx^2	Σy^2	$\Sigma (y_i - b - mX_i)^2$	σ_y	n
27.00	239.10	2292.40	329.00	19294.85	9.042	3.01	3

m	1.63
b	64.997
r ²	0.962

U _b	3.396
U _m	0.324

Anexo III

Normas



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 reappraisal. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

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

1. Scope

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

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

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- C 670 Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction 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 $0.3 \mu\text{m}$ (8 to $12 \mu\text{in.}$) arithmetic average. The needle shall be mounted in a brass or stainless steel ferrule and the exposed length shall be within the limits of 40 and 45 mm (1.57 and

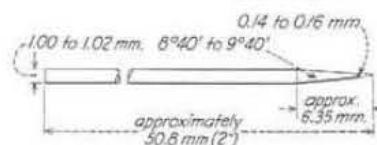


FIG. 1 Needle for Penetration Test

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:

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

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

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

TABLE 1 Precision Criteria

Material	Standard Deviation or Coefficient of Variation (S) or (S %)	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 $+80^\circ\text{C}$ 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 $+175^\circ\text{C}$ 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.

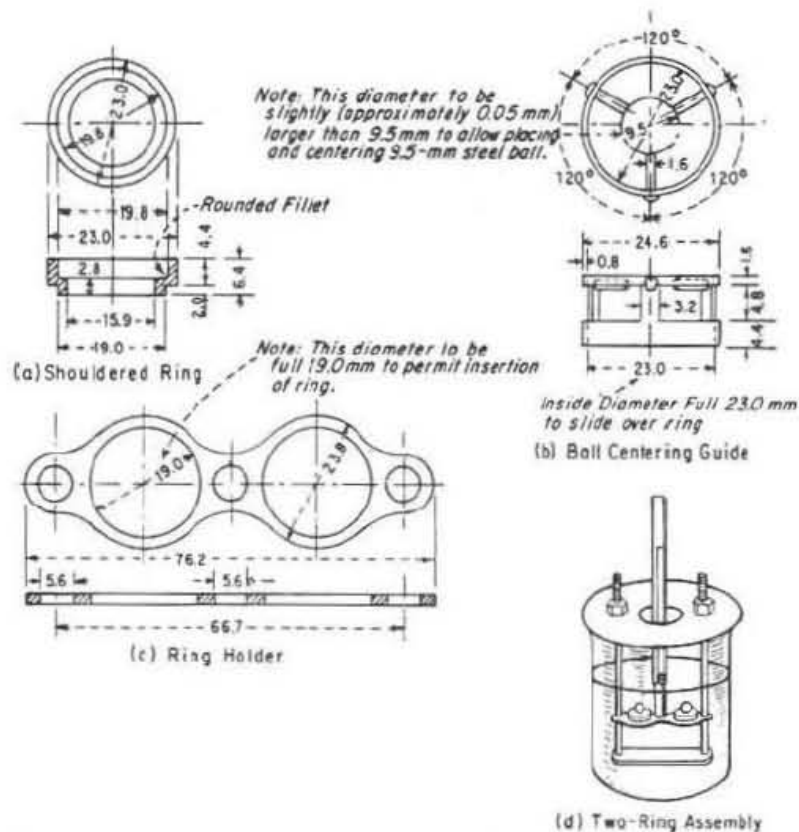
Current edition approved Feb. 10, 1986. Published April 1986. Originally published as D 36 - 62T. Last previous edition D 36 - 84.

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 vapor.

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:

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

Coal Tar:

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

[†] 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.