



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“MODIFICACIÓN DE ASFALTO GRADO PG64-22 CON UN ELASTÓMERO
TERMOPLÁSTICO DE ESTIRENO-BUTADIENO CON UN CONTENIDO DE POLIESTIRENO
DEL 30% EN BLOQUE”**

Tesis

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA:

CORTÉS CAPISTRÁN ISMAEL



MÉXICO, CD. MX.

2017.



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: **Profesor: RODOLFO RUIZ TREJO**

VOCAL: **Profesor: FILIBERTO RIVERA TORRES**

SECRETARIO: **Profesor: LETICIA VALLE ARIZMENDI**

1er. SUPLENTE: **Profesor: JOSÉ GABRIEL TÉLLEZ ROMERO**

2° SUPLENTE: **Profesor: ANTONIO GARCÍA VILA**

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA, FACULTAD DE QUÍMICA, CIUDAD UNIVERSITARIA.

ASESOR DEL TEMA:

M.I. RODOLFO RUIZ TREJO

SUSTENTANTE:

ISMAEL CORTÉS CAPISTRÁN

AGRADECIMIENTOS

A la UNAM, quien me abrió sus puertas para realizar mis estudios de Educación Media Superior y Superior: a la ENP 9 “Pedro de Alba” y a la Facultad de Química.

Al M. en I. Rodolfo Ruiz Trejo, quien me brindó su apoyo para la realización del Servicio Social y dirigió el presente trabajo. Por sus atenciones, muchas gracias.

A la M. en I. Alejandra Cóatl Lorenzo, Asesora Técnica del trabajo experimental.

Al Dr. Filiberto Rivera Torres y a la M. en I. Leticia Valle Arizmendi, por la revisión y asesoría en la redacción del presente trabajo.

A la jefatura del LIQ por las facilidades brindadas para la realización de la parte experimental.

ÍNDICE GENERAL

Agradecimientos	i
Índice general	ii
Índice de tablas y figuras	v.
Resumen	1
1. Introducción	3
2. Marco teórico	5
2.1 Asfalto	5
2.1.1 Propiedades	5
2.1.2 Contexto histórico	5
2.1.3 Definición	6
2.1.4 Composición química	7
2.1.5 Estructura química. Fracciones malténica y asfáltica	7
2.1.5.1 Asfaltenos	8
2.1.5.2 Maltenos	8
2.1.6 Modelo	11
2.1.7 Usos del asfalto	12
2.1.8 Problemática del asfalto	13
2.1.8.1 Deformación permanente	13
2.1.8.2 Fractura térmica	14
2.1.8.3 Fractura por fatiga	14
2.2 Polímero	15
2.2.1 Contexto histórico	15
2.2.2 Conceptos generales	17
2.2.3 Clasificación de polímeros	19

2.2.3.1 Por su naturaleza.	19
2.2.3.2 Por su estructura polimérica.	20
2.2.3.3 Por su comportamiento térmico.	23
2.2.3.4 Por su uso final.	24
2.3 Modificación del asfalto.	24
2.3.1 Estructura de los asfaltos modificados.	25
2.3.2 Cambio de propiedades en el ligante asfáltico.	25
2.3.3 Modificación con copolímeros en bloque SBS.	26
2.4 Técnicas de caracterización.	28
2.4.1 Penetración. Estándar de prácticas para penetración de materiales bituminosos (ASTM D5).	28
2.4.2 Temperatura de ablandamiento. Estándar de prácticas para punto de ablandamiento de un bitumen. (ASTM D36, Método del anillo y el balín).	28
2.4.3 Índice de penetración.	28
2.4.3.1 Índice de penetración < -1.	31
2.4.3.2 Índice de penetración de -1 a +1.	31
2.4.3.3 Índice de penetración > +1.	31
2.4.4 Susceptibilidad térmica.	31
2.4.5 Segregación. Estándar de Prácticas para la Determinación de la Tendencia a la Separación de Polímero en Asfaltos Modificados con Polímero (ASTM D7173-5).	32
2.4.6 Viscosidad.	32
2.4.7 Microscopía de fluorescencia.	32
3. Objetivos.	34
3.1 Objetivo general.	34
3.2 Objetivos particulares.	34
3.3 Metodología experimental.	35
4. Desarrollo experimental.	36
4.1 Materiales.	36

4.1.1 Sustancias.	36
4.1.2 Instrumentos de laboratorio.	37
4.1.3 Aparatos eléctricos.	37
4.2 Modificación del asfalto.	38
4.2.1 Asfalto sin modificar.	38
4.2.2 Mezclas de asfalto.	39
4.2.3 Asfalto modificado.	40
4.3 Pruebas de caracterización.	41
4.3.1 Prueba de penetración.	41
4.3.2 Prueba de temperatura de ablandamiento.	43
4.3.3 Prueba de segregación.	44
4.3.4 Medición de viscosidad.	46
4.3.5 Morfología del asfalto modificado.	48
5. Resultados y análisis.	49
5.1 Determinación de la penetración.	49
5.2 Determinación de la temperatura de ablandamiento.	50
5.3 Cálculo del índice de penetración.	52
5.4 Prueba de segregación.	54
5.5 Medición de la viscosidad.	57
5.6 Microscopía de fluorescencia.	62
6. Conclusiones.	65
7. Bibliografía.	67
8. Anexos.	69
Anexo I. Hoja técnica del polímero Solprene 4318.	69
Anexo II. Modelo micelar original: asfalto tipo sol y tipo gel.	70
Anexo III. Estándares ASTM D 5-86 y D 36-86 (reaprobados en 1989) traducidas.	71

INDICE DE TABLAS Y FIGURAS

Figuras

Figura 2.1 Clasificación de asfaltos.....	8
Figura 2.2 Asfalteno (ejemplo de crudo iraní).	9
Figura 2.3 Resina polar-aromática.	10
Figura 2.4 Compuesto aromático.	10
Figura 2.5 Compuesto saturado.	11
Figura 2.6 Diagrama coloidal de agregación de un material asfáltico.	11
Figura 2.7 Deformación permanente del asfalto.	13
Figura 2.8 Deformación por fractura térmica del asfalto.	14
Figura 2.9 Deformación de fractura por fatiga del asfalto.	14
Figura 2.10 Formación del polímero poliestireno.	15
Figura 2.11 Curva de distribución de peso molecular.	18
Figura 2.12 Estructuras de polímeros.	20
Figura 2.13 Estructuras de copolímeros.	22
Figura 2.14 Estructuras de copolímeros para asfalto modificado.	26
Figura 2.15 Estructuras lineal y radial de copolímeros SBS.	27
Figura 2.16 Morfología de copolímeros termoplásticos.	27
Figura 2.17 Diagrama del índice de penetración.	30
Figura 4.1 Polímero y asfalto.	36
Figura 4.2 Equipo para modificación de asfaltos.	39
Figura 4.3 Anillo, charola, tubo metálico y portamuestras.	39
Figura 4.4 Modificación de asfalto a 180 °C y 200 RPM.	40
Figura 4.5 Penetrómetro.	42
Figura 4.6 Equipo de temperatura de ablandamiento.	43
Figura 4.7 Interior del equipo de segregación.	45
Figura 4.8 Vista aérea del equipo de segregación.	46
Figura 4.9 Brookfield y termocelda.	47

Figura 5.1 Penetración vs. Concentración de polímero.	49
Figura 5.2 Temperatura de ablandamiento vs. Concentración de polímero.	51
Figura 5.3 Índice de penetración vs. Concentración de polímero.	52
Figura 5.4 Comparación de penetración de muestras segregadas vs. Concentración de polímero.	55
Figura 5.5 Comparación de temperatura de ablandamiento de muestras segregadas vs. Concentración de polímero.	56
Figura 5.6 Comparación de viscosidad vs. Concentración de polímero.	59
Figura 5.7 Comparación de viscosidad vs. Rapidez de deformación de polímero.	60
Figura 5.8 Comparación de esfuerzo cortante vs. Rapidez de deformación de polímero.	61
Figura 5.9 Muestra al 5% m/m de polímero (10x).	62
Figura 5.10 Muestra al 5% m/m de polímero (20x).	62
Figura 5.11 Muestra al 5% m/m de polímero (40x).	63
Figura 5.12 Muestra al 10% m/m de polímero (10x).	63
Figura 5.13 Muestra al 10% m/m de polímero (40x).	63

Tablas

Tabla 5.1 Penetración.	49
Tabla 5.2 Temperatura de ablandamiento.	50
Tabla 5.3 Índice de penetración.	52
Tabla 5.4 Penetración de las muestras segregadas.	54
Tabla 5.5 Temperatura de ablandamiento de las muestras segregadas.	56
Tabla 5.6 Medición de la viscosidad.	57

RESUMEN

“Modificación de asfalto grado PG64-22 con un elastómero termoplástico de estireno butadieno con un contenido de poliestireno del 30% en bloque”.

Actualmente la principal aplicación del asfalto está en la construcción de carreteras. En general, un camino pavimentado con asfalto está compuesto de un agregado pétreo en forma de gravilla, inmerso en una matriz de cemento asfáltico cuya proporción puede llegar al 5% m/m. El desempeño de la carpeta asfáltica está determinado por las propiedades del adherente asfáltico dado que el asfalto es la matriz continua y es el único componente deformable. Debido a su carácter viscoelástico, a temperaturas relativamente altas (50-60) °C el asfalto tiende a fluir, lo que provoca la formación de canales a lo largo de la carpeta asfáltica y montículos transversales a lo ancho de la carpeta. El flujo de material también es causado por el frenado de tráfico pesado, en tanto que a bajas temperaturas (< 0 °C) su comportamiento es el de un material frágil, produciéndose fracturas de la carpeta. Por ello, el desempeño y la vida útil de la carpeta de rodamiento están asociados al comportamiento termo-mecánico del cementante asfáltico.

La investigación en torno a la modificación del asfalto para mejorar sus propiedades es constante debido al surgimiento de nuevos materiales. Entre los materiales modificadores de mayor éxito están los polímeros termoplásticos elastoméricos de estireno butadieno. Para el presente estudio se empleará un copolímero en bloque con (30-32) % m/m en el bloque de poliestireno. Estos copolímeros consisten de cadenas formando bloques que exhiben una morfología en dos fases, es decir, dominios de entrecruzamiento formados por bloques rígidos de poliestireno con una matriz de polibutadieno elastomérico. Los bloques de poliestireno imparten rigidez al polímero, en tanto que los bloques de polibutadieno imparten flexibilidad.

En este estudio se modificará el asfalto clasificación GP-6422 empleado en la zona central del país, que incluye a la Ciudad de México, con un copolímero en bloque SBR comercial con un contenido de (30-32) % m/m en el bloque de poliestireno. Se determinarán propiedades termo-mecánicas: temperatura de ablandamiento y penetración de muestras de asfalto modificado obtenidas mediante el procedimiento de mezclado en caliente, determinando además la estabilidad de fases bajo condiciones de almacenamiento estático. La morfología del asfalto modificado se analizará mediante microscopía de fluorescencia. Las mezclas serán evaluadas bajo los criterios del índice de penetración de mezclas asfálticas. Las propiedades termo-mecánicas se determinarán en el marco de los procedimientos ASTM.

1. INTRODUCCIÓN

Está plenamente probado que los asfaltos convencionales poseen propiedades satisfactorias tanto mecánicas como de adhesión en una gama amplia de aplicaciones y bajo distintas condiciones climáticas y de tránsito.

En nuestros días sin embargo, los grandes volúmenes de tráfico y el exceso de carga, así como el incremento en la presión de inflado de las llantas y condiciones climáticas, sobrepasan los criterios de diseño y hacen que utilizar asfaltos convencionales en la construcción de carreteras actualmente no satisfagan las expectativas tales como cumplir un determinado periodo de servicio, es decir, menor resistencia al envejecimiento, reflejándose en deformaciones y figuraciones dentro de la carpeta asfáltica. Estos problemas son causados además por la selección de materiales en los diseños, mal proceso de construcción, mantenimiento y baja calidad del modificador.

La necesidad de optimizar las inversiones provoca que en algunos casos, las propiedades de los asfaltos convencionales resulten insuficientes, por ejemplo, con asfaltos convencionales aún con los grados más duros no es posible eliminar el problema de las deformaciones producidas por el tránsito, especialmente cuando se afrontan condiciones de alta temperatura. Además, en asfaltos con mayor dureza se corre el riesgo de formaciones por agrietamientos causados por efectos térmicos cuando las temperaturas son muy bajas.

Una solución es modificar las características de los asfaltos para mejorar su comportamiento en los pavimentos; ello dio origen a nuevos asfaltos que se han denominado *asfaltos modificados*.

La modificación del asfalto es una técnica que se realiza desde los años 60's del siglo XX, pero se continua la investigación por el surgimiento de nuevos materiales para la pavimentación de carreteras. Esta técnica consiste en la adición de diversos polímeros a

los asfaltos convencionales con el fin de mejorar sus características mecánicas, es decir, su resistencia a las deformaciones por factores climatológicos y del tránsito (peso vehicular). En particular, los *polímeros elastoméricos* han probado ser buenos modificadores del asfalto.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Asfalto.

El asfalto es un componente natural de la mayor parte de los petróleos. El petróleo crudo se destila para separar sus diversas fracciones y en estos procesos se recupera el asfalto. Procesos similares producidos naturalmente han dado lugar a yacimientos naturales de asfalto, en algunos de los cuales el material se encuentra prácticamente libre de materias extrañas, mientras que en otros está mezclado con cantidades variables de minerales, agua y otras sustancias. Las rocas porosas saturadas de asfalto que se encuentran en algunos yacimientos naturales se conocen con el nombre de *rocas asfálticas*. [1]

2.1.1 Propiedades.

El asfalto es un material de particular interés para el ingeniero porque es un aglomerante muy resistente, muy adhesivo, altamente impermeable y duradero. Además es altamente resistente a la mayor parte de los ácidos, álcalis y sales. Aunque es una sustancia sólida o semisólida a temperaturas atmosféricas ordinarias, puede licuarse fácilmente por aplicación de calor, por la acción de disolventes de volatilidad variable o por emulsificación. [1]

2.1.2 Contexto histórico.

- *Prehistoria*. Se han encontrado esqueletos de animales prehistóricos conservados intactos hasta nuestros días en depósitos superficiales de asfalto en el pozo La Brea, en Los Ángeles California.
- *3200 a 540 a. C.* Excavaciones arqueológicas recientes indican el amplio uso de asfalto en Mesopotamia y en el Valle del Indo como aglomerante para albañilería y construcción de carreteras y para capas de impermeabilización en estanques y depósitos de agua.

- 300 a. C. El asfalto se empleaba extensamente en Egipto para embalsamar cadáveres.
- 1802 d. C. En Francia se emplea roca asfáltica para pavimentación de suelos, puentes y aceras.
- 1838 d. C. En Filadelfia se emplea roca asfáltica importada en la construcción de aceras.
- 1870 d. C. (aproximadamente). Construcción del primer pavimento asfáltico en Newark, Nueva Jersey, por el profesor E.J. De Smedt, químico belga.
- 1876 d. C. Construcción del primer pavimento de tipo *sheet asphalt* en Washington D.C., con asfalto de lago importado.
- 1902 d. C. En Estados Unidos se obtienen de la destilación de petróleo aproximadamente 20,000 toneladas de asfalto por año.
- A partir de 1924. El asfalto de petróleo producido anualmente en Estados Unidos ha crecido constantemente desde 3 millones de toneladas en 1924 a unos 9 millones de toneladas en 1946. A partir de esa fecha, se ha más que duplicado, llegando a unas 19 millones de toneladas en 1956.

En nuestro país, la existencia de la piedra aceitosa, petróleo de base asfáltica, ya era conocida por los pobladores del México prehispánico; diversas culturas usaban el asfalto como pegamento, como medicina y como elemento religioso, ya que lo quemaban delante de sus ídolos.[2]

2.1.3 Definición.

El asfalto, es definido por la *American Society for Testing and Material* (ASTM), como un material aglomerante sólido o semisólido de color que varía de pardo oscuro a negro y que se licúa gradualmente al calentarse, cuyos constituyentes predominantes son betunes que se dan en la naturaleza en forma sólida o semisólida o se obtienen de la destilación del petróleo; o en combinaciones de éstos entre sí o con el petróleo o productos derivados de estas combinaciones.[3]

2.1.4 Composición química.

Químicamente, el asfalto puede definirse como una mezcla compleja de compuestos hidrocarbonados, cuya composición elemental arroja contenidos de aproximadamente 84% carbón, 10% hidrógeno, 1% oxígeno y 5% trazas de elementos como azufre, níquel, vanadio y hierro.

La composición específica de un asfalto en particular dependerá del origen del petróleo del cual procede y el método empleado para la refinación de dicho crudo. El asfalto tiene un peso molecular promedio de (600-1500) g/mol.

La composición química del asfalto es muy compleja, en un análisis detallado se han encontrado desde moléculas sencillas hasta otras saturadas: radicales ácidos, aldehídos, cetonas, anillos aromáticos o bencenos hidrogenados. La *nafta* es una fracción del petróleo refinado que contiene un alto porcentaje de estos tipos de hidrocarburos.[4]

2.1.5 Estructura química. Fracciones malténica y asfáltica.

El análisis químico del asfalto es muy laborioso, sin embargo, es posible distinguir dos grandes grupos que lo constituyen: los asfaltenos y maltenos.[5] El asfalto puede ser fraccionado por extracción de disolventes; el análisis SARA (Saturated-Aromatics-Resins-Asphaltenes) es un método que emplea la solubilidad para caracterizar los componentes del asfalto separándolos en fracciones.[6]

De acuerdo a las normas ASTM D412-86 Y D3279-90 [7,8], la muestra de asfalto se mezcla con el disolvente n-heptano en una relación normalizada: la fase que no solubiliza, formada por materiales duros que precipitan constituye la fracción de *asfaltenos*; mientras que la fase que solubiliza constituye la fracción denominada *maltenos*, también llamados *petrolenos* y dentro de los cuales se puede distinguir a tres grupos estructurales con propiedades definidas: las resinas, los aromáticos y los saturados.[5]

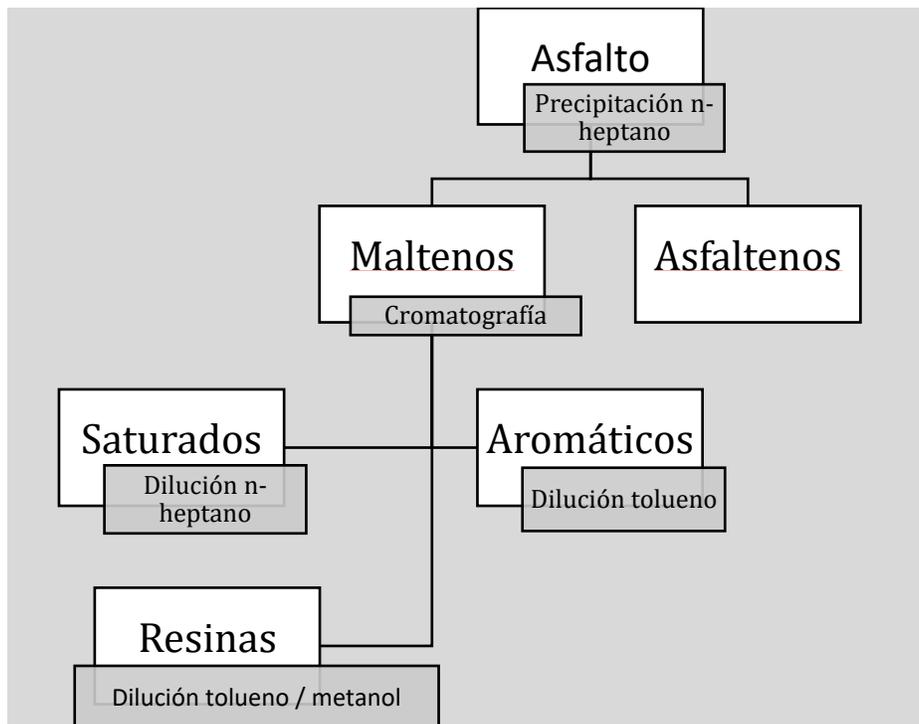


Figura 2.1 Clasificación de asfaltos.[5]

2.1.5.1 Asfaltenos.

Son estructuras complejas de compuestos aromáticos de color negro o marrón que contienen además del carbono otros elementos químicos tales como nitrógeno, azufre, oxígeno cuya relación de hidrógeno/carbono (H/C): ~ 1,1.

En general, son compuestos polares, de alto peso molecular (800-3,500) g/mol sólidos a temperatura ambiente e insolubles en un disolvente parafínico normal (generalmente n-heptano) que constituyen entre (5 y 25) % m/m del peso del asfalto.[5]

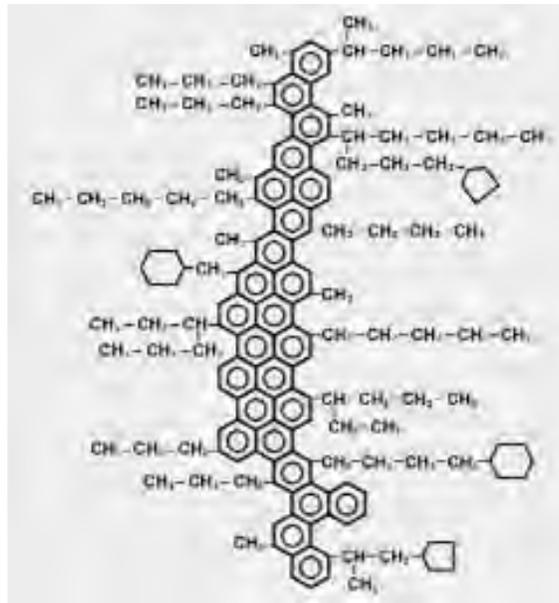


Figura 2.2 Asfalteno (ejemplo de crudo Iraní).[5]

2.1.5.2 Maltenos.

Son sustancias muy polares color marrón, solubles en condiciones normales de temperatura y presión en n-heptano. Están constituidos por resinas, saturados y aromáticos. Pueden ser sólidos o semisólidos, al igual que los asfaltenos, son compuestos de carbono, hidrógeno con cantidades menores de nitrógeno, oxígeno y azufre.[5]

(a) Resinas.

Las *resinas* son materiales muy adhesivas, constituyen entre (5 y 30) % m/m del asfalto.

Algunas de sus características son las siguientes:

- Compuestos muy polares, fuertemente adhesivos.
- Sólidos o semi-sólidos: peso molecular de (780-1,400) g/mol.
- Relación de hidrógeno/carbono (H/C): ~ 1,3-1,4.
- Son en su mayoría de tipo coloidal (sol o gel).

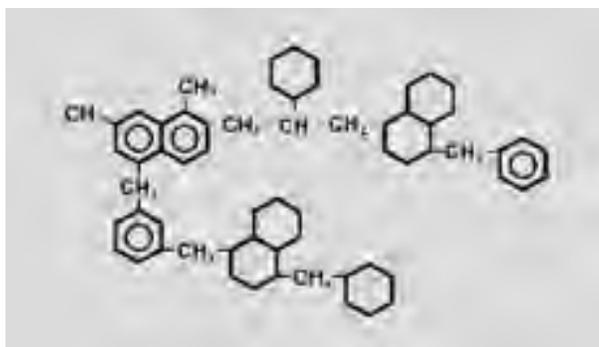


Figura 2.3 Resina polar-aromática.[5]

(b) Aromáticos.

Los *aromáticos* son los componentes con mayor proporción del asfalto: constituyen entre (40 y 65) % m/m, son las fracciones de menor peso molecular en la estructura de los mismos. Algunas de sus características son las siguientes:

- Forman cadenas no polares donde predominan los anillos insaturados.
- Peso molecular de (570-980) g/mol.
- Alta capacidad para disolver otros compuestos de alto peso molecular.

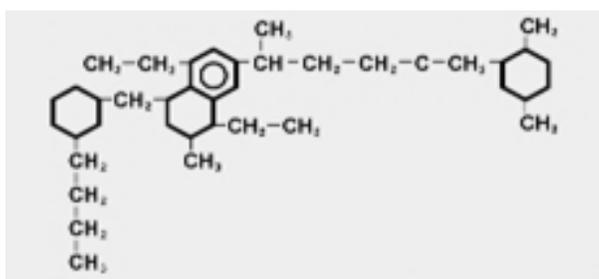


Figura 2.4 Compuesto aromático.[5]

(c) Saturados.

Los *saturados* son aceites viscosos no polares, constituyen entre (5 y 20) % m/m del asfalto. Algunas de sus características son las siguientes:

- Compuestos mayoritariamente formados por cadenas lineales y/o ramificadas saturadas de hidrocarburos.
- Peso molecular de (470-88) g/mol.

- Peso molecular similar a los de los aromáticos.
- Muy baja reactividad.

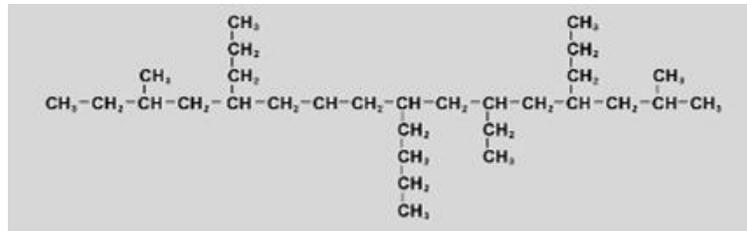


Figura 2.5 Compuesto saturado.[5]

2.1.6 Modelo.

El asfalto concuerda en general, con un *sistema micelar multidisperso* (J. Satastua), es decir, un sistema coloidal complejo de hidrocarburos en el cual es difícil establecer una diferencia entre la fase continua y dispersa.[9]

Su estructura fue descrita por primera vez por Nellensteyn en 1924 [10] y mejorada por Pfeiffer 1950 [10]. El modelo adoptado para configurar la estructura del asfalto se denomina *modelo micelar*, en él existen dos fases: una *fase discontinua* (aromática) formada por asfaltenos que está rodeada de una *fase continua* (saturada) malténica constituida por resinas y aceites.

El modelo explica el papel de los asfaltenos como partículas bituminosas sólidas discretas (negras) de alta viscosidad que proveen tanto de elasticidad, de resistencia, como de adhesión a la mezcla bituminosa. Las resinas son intermediarias en el asfalto, tienen la función de homogenizar, coincidir y compatibilizar a los asfaltenos insolubles; son fluidas cuando se calientan, frágiles cuando se enfrían; proveen ductilidad (viscoelasticidad), son solubles en la mayoría de los solventes y aumentan la fluidez y plasticidad del asfalto.[9]

Las resinas y asfaltenos existen como islas flotando en los aceites, como se muestra a continuación:



Figura 2.6 Diagrama coloidal de agregación de un material asfáltico.[11]

2.1.7 Usos del asfalto.

El asfalto es un material utilizado extensamente por sus diversas aplicaciones debido a su bajo costo, sus propiedades termomecánicas, su poder aglomerante y su comportamiento visco-elástico, que significa que se comportan como sólidos y fluidos, por lo que exhiben características de ambos.

Entre las aplicaciones que se le dan al asfalto se encuentran: la pavimentación de carreteras (la cual es la de mayor uso con un 85%), impermeabilización y aplicaciones de uso industrial como recubrimiento, relleno y sellamiento (que ocupan el 15% restante), además de ser un buen aislante térmico, dieléctrico y acústico. A partir de la invención del automóvil se necesitaron buenos caminos para mayor seguridad y comodidad, las estadísticas muestran que México tiene 371,936 km de carreteras pavimentadas, de las cuales, el 96% está pavimentado con asfalto. La producción anual de asfalto en el mundo es de 115, 000, 000 ton/año.

Entre muchas otras, son dos las funciones más importantes ejercidas por el asfalto en un pavimento: de aglomerante y de impermeabilizante. El primero porque proporciona una ligamiento íntimo entre los agregados, lo que permite resistir la acción mecánica producidas por las cargas de los vehículos; la segunda porque garantiza al pavimento

una acción eficaz contra la penetración del agua proveniente, tanto de las precipitaciones como del subsuelo por acción capilar.

Ningún otro material garantiza mejor que el asfalto una ejecución económica y simultánea de esas funciones, al mismo tiempo que proporciona al pavimento características de flexibilidad que permitan su acomodo sin fisuramiento.[2]

2.1.8 Problemática del asfalto.

Como se mencionó anteriormente, para mejorar las propiedades termo-mecánicas de un asfalto se le proporciona algún tipo de tratamiento o bien, se mezcla con algún material. Los problemas que se tratan al modificar el asfalto son los siguientes: la deformación permanente, la fractura térmica a baja temperatura y la fractura por fatiga.[12]

2.1.8.1 Deformación permanente.

También llamada formación de surcos, la deformación permanente del pavimento es causada por la aplicación de cargas a altas temperaturas de servicio ($>40\text{ }^{\circ}\text{C}$). Esta deformación produce canales paralelos a la dirección del tráfico.



Figura 2.7 Deformación permanente del asfalto.[12]

2.1.8.2 Fractura térmica.

La fractura térmica, es causada cuando el asfalto se encuentra sometido a bajas temperaturas, ya que en estas condiciones la mezcla se vuelve rígida, perdiendo la capacidad de deformarse elásticamente y produciendo grietas en el pavimento.



Figura 2.8 Deformación por fractura térmica del asfalto.[13]

2.1.8.3 Fractura por fatiga.

Este tipo de fractura asociada a la fatiga es causada por la aplicación continua de cargas durante un periodo largo y volumen de tráfico que excede al criterio que fue utilizado en el diseño del pavimento, produciendo fracturas importantes.



Figura 2.9 Deformación de fractura por fatiga del asfalto.[14]

En los tratamientos superficiales existen restricciones en cuanto al empleo de los cementos asfálticos:

- No deben calentarse por encima de la temperatura típica de procesamiento de la industria (180 °C), ni aplicarse a menos de 10 °C.
- No deben aplicarse en tiempo de lluvia o en superficies húmedas.
- Debe evitarse el recalentamiento del producto y calentamientos locales.

2.2 Polímero.

Polímero es una palabra derivada del griego clásico *poly* que significa “muchos” y *meros* que significa “partes”. Por tanto, un polímero es una molécula grande (macromolécula) hecha por la repetición de unidades químicas pequeñas.[15]



Figura 2.10 Formación del polímero poliestireno. A la izquierda, el estireno (monómero), a la derecha, el poliestireno (polímero).[15]

2.2.1 Contexto histórico.

Los polímeros han existido desde tiempos muy remotos, son parte de estructuras que dan origen a diversas formas de vida. A pesar de ello, no fue sino hasta la mitad del siglo 20, con el desarrollo de los plásticos, que comenzó a comprenderse la naturaleza del polímero. El uso de materiales poliméricos ha penetrado en cada faceta de nuestras vidas que es difícil visualizar el mundo de hoy, con sus lujos y comodidades sin los materiales poliméricos creados por el hombre. A continuación se mencionan algunos de los polímeros más importantes desarrollados en las siguientes décadas y años.

- 1868. Síntesis del nitrato de celulosa a partir de piroxina y ácido nítrico con alcanfor.
- 1909. Desarrollo del formaldehído de fenol, empleado en diversos materiales como la plancha eléctrica, mangos de instrumentos de cocina, muelas y enchufes eléctricos.
- 1920. Acetato de celulosa (cepillos de dientes, peines, lentes, marcos), formaldehído de urea (botones, accesorios eléctricos), poli cloruro de vinilo (suelos, tapicería, alambre, aislamiento de cable, cortinas de baño) y nylon (cerdas de cepillo, medias, suturas quirúrgicas).
- 1930. Resinas acrílicas (rótulos, vidrios), polietileno (juguetes, envases, artículos para el hogar), resinas de melamina (vajilla, pinturas).
- 1940. Polietileno (materiales aislantes: cable de radar), resinas de poliéster termoendurecible (barcos para uso militar), y terpolímero de acrilonitrilo-estireno-butadieno (aparatos telefónicos, maletas, cascos de seguridad).
- 1950. Desarrollo de las familias de plásticos: acetal y policarbonatos, que junto con los plásticos conocidos en ingeniería como termoplásticos tales como el nylon, fenoxi, poliamida, poli óxido de fenileno y polisulfona tienen un fuerte impacto térmico y estabilidad dimensional.
- 1960 y 1970. Poliéster termoplástico (piezas exteriores de automóviles, botellas), sulfuro de polifenileno y poliétersulfona (industria aeroespacial y de aviación).

En los últimos años, como resultado de una mejor comprensión de la relación estructura-propiedad de un polímero, la introducción de nuevas técnicas de polimerización y la disponibilidad de los monómeros nuevos y de bajo costo, es posible crear polímeros de diferentes elementos de casi cualquier calidad deseada para un producto final. Algunos polímeros son similares a los materiales convencionales existentes pero con mayor valor económico, algunos representan mejoras significativas con respecto a materiales existentes, y algunos se pueden describir como materiales únicos con características diferentes de cualquiera previamente conocida por el hombre.

Los materiales poliméricos se pueden producir en forma de plásticos sólidos, fibras, elastómeros o espumas, ser duros o blandos; ser películas, recubrimientos o adhesivos; ser hechos de forma porosa o no porosa y se pueden fundir y fijar con calor. En los próximos años, los polímeros continuarán creciendo. El crecimiento no será sólo en el desarrollo de nuevos polímeros, sino también en su modificación física y química, además de la mejora de las técnicas de fabricación que darán lugar a productos de bajo costo. Hoy, el reto de reciclaje planteado como una ayuda a los problemas ambientales, da lugar a desarrollos que implican aleación y mezcla de plásticos para producir una diversidad de materiales utilizables a partir de lo que hasta ahora se consideran residuos.[15]

2.2.2 Conceptos generales.

La molécula que puede ser convertida en un polímero mediante la combinación de esta con otra del mismo o diferente tipo es llamada *monómero*. La unidad “entre corchetes” es llamada *unidad repetitiva*.

El subíndice designado, “n”, indica el número de unidades de repetición enlazadas en la cadena polimérica, es conocido como *grado de polimerización* y nos indica la longitud del polímero. Cuando un monómero reacciona con otro monómero, debido a que la polimerización ocurre por reacciones secuenciales de estos, primero se forma un *dímero*; si esta nueva molécula reacciona con otro monómero, el resultado es un *trímero* y así sucesivamente para el número de monómeros que se enlacen. A menudo la nueva molécula polimérica es llamada *cadena polimérica*, la cual es resultado de la unión entre las diferentes unidades repetitivas que existen. Los productos de polimerización de bajo peso molecular como dímeros, trímeros o tetrámeros son llamados *oligómeros*, los cuales poseen propiedades termo mecánicas no deseables.

Se requiere normalmente de un alto *grado de polimerización* en un material para que se desarrollen propiedades útiles con él y sea descrito apropiadamente como un polímero. El grado de polimerización representa una forma de cuantificar la longitud molecular o

tamaño de un polímero para lo cual también puede hacerse uso del término *peso molecular*, el cual se describe mediante una ecuación escrita a continuación:

$$PM(\text{polímero}) = GP * PM(\text{unidad}) \quad (2.1)$$

Dónde:

- ✓ $PM(\text{polímero})$: peso molecular del polímero
- ✓ GP : grado de polimerización
- ✓ $PM(\text{unidad})$: peso molecular de la unidad de repetición.

Existen casos en los que una muestra dada de polímero está compuesta de millones de moléculas poliméricas. Para la mayoría de los polímeros sintéticos, independientemente del método de polimerización (formación), la longitud de una cadena polimérica es determinada mediante eventos puramente aleatorios. En consecuencia, cualquier mezcla de polímero dada contiene una mezcla de cadenas con diferentes longitudes, esto significa que existe una curva de distribución de peso molecular para polímeros sintéticos.

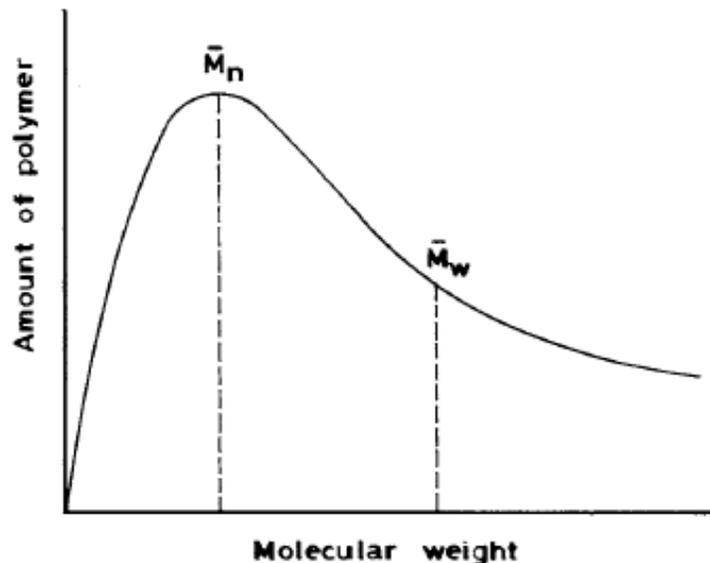


Figura 2.11 Curva de distribución de peso molecular.[15]

La existencia de la distribución de peso molecular en una muestra de polímero implica que cualquier medición experimental de esta propiedad proporciona solamente un valor promedio. Se consideran principalmente dos tipos de valor molecular promedio: el *peso molecular promedio en número* (M_n) y el *peso molecular promedio en peso* (M_w), el primero deriva de mediciones que contienen el número de moléculas en el ejemplo dado mientras que el segundo está basado en métodos en los cuales la contribución de cada molécula al efecto observado depende del tamaño de su propio tamaño.

La razón M_w/M_n , es además un indicador de cuan grandes son las diferencias en la longitud de las cadenas de los constituyentes de una muestra de polímeros dada, una medida de la polidispersidad que con frecuencia hace referencia a un *índice de heterogeneidad*. En un polímero ideal como una proteína, todas las moléculas de polímeros son del mismo tamaño, esto es: $M_w/M_n = 1$, para los polímeros sintéticos, el valor numérico de M_w es siempre más grande que M_n , la razón aumenta y la distribución de peso molecular es más amplia.[15]

2.2.3 Clasificación de polímeros.

Los polímeros pueden ser clasificados de diferentes formas, dependiendo de su naturaleza, de la estructura del polímero o su comportamiento térmico.

2.2.3.1 Por su naturaleza.

Dependiendo su naturaleza los polímeros pueden ser naturales o sintéticos. Las estructuras complejas que participan en procesos que ocurren en nuestro cuerpo tales como las enzimas, ácidos nucleicos y proteínas son *polímeros naturales* de origen biológico, otros ejemplos son el almidón, la celulosa y el caucho natural. Los *polímeros sintéticos* son aquellos elaborados de forma artificial, algunas de las familias de ellos son las fibras, los elastómeros, los plásticos, los adhesivos, entre otros; cada familia tiene sus propios subgrupos.[15]

2.2.3.2 Por su estructura polimérica.

(a) Lineal, ramificado, entrecruzado, escalera, estrella, peine.

El polímero es *lineal* si no existen adosadas a la cadena principal otras ramas que no sean aquellas correspondientes a los grupos laterales ya presentes en el monómero; es *ramificado* si existen cadenas más o menos largas, de constitución idéntica a la cadena principal, que emergen de forma estocástica a la cadena principal. Si las ramificaciones entrelazan las cadenas unas con otras, de manera que todo el conjunto puede concebirse como una sola macromolécula de tamaño limitado, es *entrecruzado*; un caso particular de los polímeros ramificados es el *polímero estrella*, en el que tres o más cadenas emanan de una misma unidad central. El *polímero peine* contiene cadenas laterales de igual o diferente longitud, dispuestas con una cierta regularidad a lo largo de la cadena principal y el polímero en escalera está constituido por una sucesión regular de ciclos.

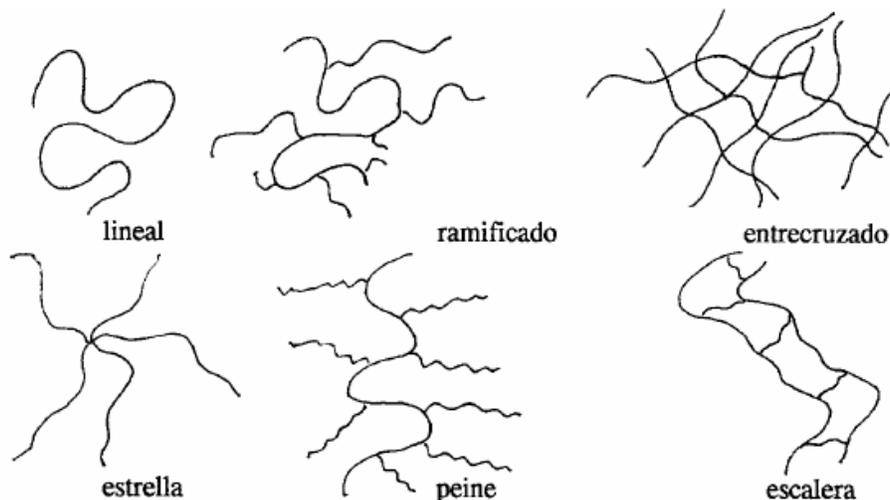


Figura 2.12 Estructuras de polímeros.[16]

(b) Amorfo o cristalino.

Un *polímero cristalino* posee un arreglo tridimensional, ordenado y de largo alcance, cadenas individuales plegables que se agregan entre sí con la menor energía potencial posible formando un sólido. Debido a que las cadenas de polímero son muy largas, es

imposible que encajen en un arreglo perfecto por lo que se dice que existe un grado de cristalinidad, el cual varía de unos pocos puntos porcentuales a aproximadamente 90%, dependiendo de las condiciones de cristalización. Ejemplos de polímeros cristalinos incluyen al polietileno, el poliacrilonitrilo, el politereftalato de etileno, y el politetrafluoroetileno.

En contraste con los *polímeros cristalizables* o *polímeros amorfos*, estos poseen cadenas que son incapaces de disponerse de manera ordenada. Poseen unidades de repetición de corto alcance y vitrifican formando un sólido vítreo amorfo en el cual las cadenas moleculares están dispuestas al azar e incluso de forma enredada. El poli metacrilato de metilo y el policarbonato son ejemplos típicos.

Existen algunos polímeros en los que la estructura de las regiones ordenadas no se encuentra del todo alterada. Estos son conocidos como polímeros cristalinos líquidos. Tienen fases que se caracterizan por estructuras intermedias entre la estructura cristalina ordenada y el estado fluido desordenada. El orden es suficiente para impartir algunas propiedades sólidas sobre el fluido, pero las fuerzas de atracción entre las moléculas no son lo suficientemente fuertes para evitar el flujo. Un ejemplo de un polímero cristalino líquido es la polibenzamida. Los polímeros cristalinos líquidos son importantes en la fabricación de fibras y películas de peso ligero, ultra-alta resistencia y resistentes a la temperatura.

(c) Homopolímero o copolímero.

Dependiendo de su composición, los polímeros pueden ser *homopolímeros* y *copolímeros*. Los primeros están compuestos por sólo una unidad de repetición en la molécula del polímero mientras que los segundos tienen dos diferentes unidades de repetición.

Existen diferentes tipos de *sistemas de copolímeros*: *aleatorio*, si las unidades están acomodadas al azar a lo largo de la cadena polimérica; *alternado*, si existe un orden entre

las dos unidades de repetición a lo largo de la cadena; *en bloque*, si hay secuencias relativamente largas de cada unidad de repetición alternadas e *injertado*, si la cadena de un monómero está insertada en la cadena principal de otro tipo de monómero.

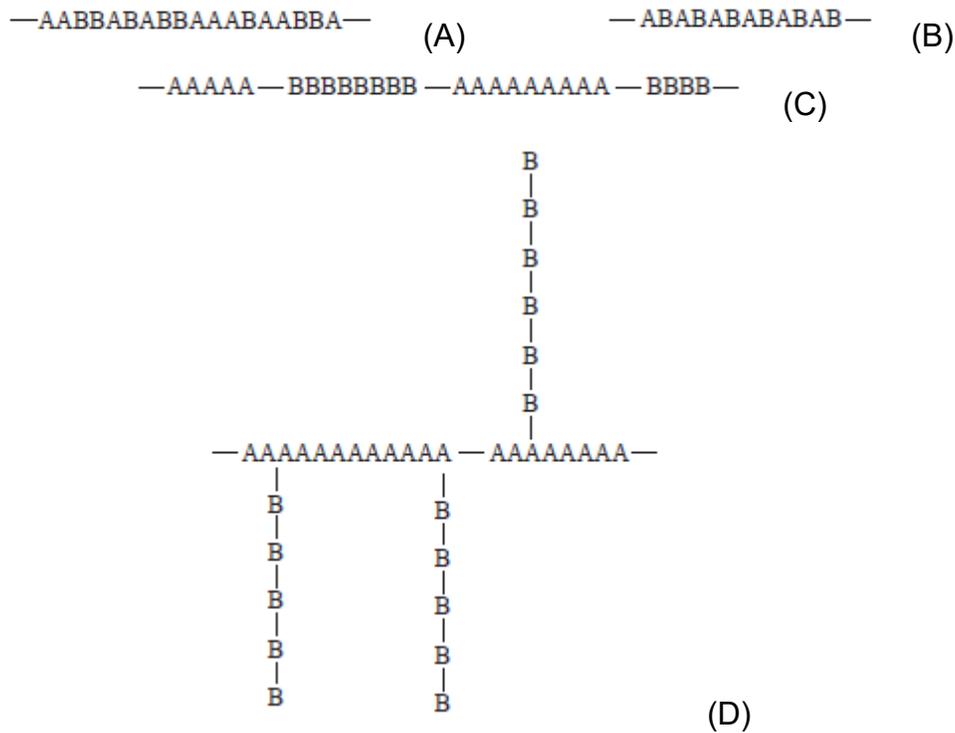


Figura 2.13 Estructuras de copolímeros. Aleatorio (A), alternado (B), en bloque (C) e injertado (C).[15]

(d) Fibras, plásticos o elastómeros.

La capacidad de una estrecha alineación de las moléculas depende de su propia estructura. Las moléculas con estructura regular pueden alinearse muy de cerca para que las fuerzas intermoleculares de enlace secundarias sean eficaces. El resultado es la formación de una *fibra*. Las fibras son polímeros lineales con alta simetría y altas fuerzas intermoleculares que resultan normalmente de la presencia de grupos polares. Se caracterizan por un alto módulo, alta resistencia a la tracción, y extensibilidades moderados (por lo general menos de 20%).

Algunas moléculas poseen estructura irregular, fuerzas de atracción intermoleculares débiles, y cadenas de polímero muy flexibles. Estas moléculas se denominan

elastómeros. Los elastómeros poseen segmentos de su cadena con una alta movilidad local, pero la movilidad bruta de cadenas está restringida, por lo general mediante la introducción de un par de enlaces cruzados en la estructura. En ausencia de esfuerzo aplicado (a la tracción), las moléculas de los elastómeros generalmente asumen formas en espiral. Por consiguiente, los elastómeros presentan una alta extensibilidad (hasta 1,000%) a partir del cual se recuperan rápidamente en la eliminación de la tensión impuesta. Los elastómeros generalmente tienen bajo módulo inicial en tensión, pero cuando se estiran se ponen rígidos.

Los *plásticos* caen entre los extremos estructurales representados por fibras y elastómeros. Sin embargo, a pesar de las posibles diferencias en la estructura química, la demarcación entre las fibras y plásticos a veces puede ser borrosa. Los polímeros tales como polipropileno y poliamidas se pueden utilizar como fibras y plásticos como por una adecuada elección de las condiciones de procesamiento.[15]

2.2.3.3 Por su comportamiento térmico.

Con fines ingenieriles, la clasificación más útil de polímeros se basa en su comportamiento/respuesta térmica (termomecánica). Bajo este esquema, los polímeros se clasifican como termoplásticos o termoestables. Como el nombre sugiere, los *polímeros termoplásticos* se ablandan y fluyen bajo la acción de presión y temperatura. Tras el enfriamiento, el polímero se endurece y asume la forma del molde (contenedor). Los termoplásticos, cuando se combinan con los ingredientes adecuados, por lo general pueden soportar varios de estos ciclos de calentamiento y enfriamiento sin sufrir ninguna avería estructural. Ejemplos de polímeros termoplásticos son el polietileno, poliestireno, y nylon.

Un *polímero termoestable*, es aquel que, cuando se calienta, sufre un cambio químico para producir un polímero reticulado, sólido. Los termoestables generalmente existen inicialmente como líquidos denominados *prepolímeros*; que se puede formar en las formas deseadas mediante un aumento de temperatura o presión, pero son incapaces

de experimentar ciclos repetidos de ablandamiento y endurecimiento. Ejemplos de polímeros termoestables incluyen urea-formaldehído, fenol-formaldehído, y resinas epoxi.[15]

2.2.3.4 Por su uso final.

Los polímeros pueden clasificarse de acuerdo con el uso final del polímero, el cual se asocia a una industria específica: los polímeros de dienos son asociados a la *industria del caucho*; los polímeros de olefinas a la *industria de las láminas, películas y fibras*, mientras que los acrílicos asociados a la *industria de los materiales y recubrimientos decorativos*.[15]

2.3 Modificación del asfalto.

Los materiales asfálticos modificados son producto de la disolución o incorporación en el asfalto de diferentes aditivos, habiendo dado buenos resultados la adición de un polímero o hule molido de neumáticos, sustancias estables al tiempo, que se añaden al material asfáltico para modificar sus propiedades físicas, disminuir su susceptibilidad a la temperatura, la humedad y la oxidación. También aumentan la resistencia de las mezclas asfálticas a la deformación, a la fatiga y reducen el agrietamiento.

La obtención de una buena mezcla de asfalto y polímero, dependerá de factores como la relación maltenos/asfaltenos en el asfalto y la composición de los maltenos, particularmente de la cantidad de saturados de bajo peso molecular y de resinas presentes. En cuanto al polímero, son importantes la estructura, el peso molecular y la longitud de la cadena polimérica. En el caso de los copolímeros, se tienen adicionalmente factores como la distribución de las diferentes unidades estructurales, y en el caso de los copolímeros en bloque, la cantidad de bloques, composición y longitud de cadena de cada bloque. Estos factores impactan sobre las características termomecánicas del

asfalto y en consecuencia sobre sus propiedades de desempeño en carpetas de rodamiento vehicular.[17]

2.3.1 Estructura de los asfaltos modificados.

Los asfaltos modificados con polímeros están constituidos por dos fases, una formada por pequeñas partículas de polímero hinchado y otra por asfalto. En las composiciones de baja concentración de polímeros existe una matriz continua de asfalto en la que se encuentra disperso el polímero; pero si se aumenta la proporción de polímero en el asfalto se produce una inversión de fases, estando la fase continua constituida por el polímero hinchado y la fase discontinua corresponde al asfalto que se encuentra disperso en ella. Ésta micro-morfología bifásica y las interacciones existentes entre las moléculas del polímero y los componentes del asfalto parecen ser la causa del cambio de propiedades que experimentan los asfaltos modificados con polímeros.

Una consecuencia importante de añadir polímeros a los asfaltos es el cambio en la relación viscosidad–temperatura (sobre todo en el rango de temperaturas de servicio de las mezclas asfálticas) permitiendo mejorar de esta manera el comportamiento del asfalto tanto a bajas como a altas temperaturas.

Si un polímero se añade a dos diferentes asfaltos, las propiedades físicas de los productos finales, pueden ser muy diferentes. Para mayor efectividad, el polímero debe crear una red continua de trabajo en el asfalto; para que esto ocurra el polímero que se encuentra formando ovillos entrelazados, debe ser penetrado por los aceites saturados más ligeros presentes en los maltenos.[17]

2.3.2 Cambio de propiedades en el ligante asfáltico.

El objetivo perseguido con las adiciones de polímero en el asfalto, es cambiar algunas de sus propiedades, se busca:

- Aumentar la viscosidad, dependiendo de la cantidad y tipo de polímero.

- Disminuir la penetración y susceptibilidad a las variaciones de temperatura.
- Aumentar el punto de ablandamiento del asfalto.
- Subir entre uno y dos grados la clasificación PG (Grado de Penetración) del asfalto.
- Ampliar el rango de temperatura en el manejo y almacenamiento.
- Mayor resistencia a la acción del agua y al envejecimiento.[17]

2.3.3 Modificación con copolímeros en bloque SBS.

Los *copolímeros SB* son comúnmente usados como modificadores de asfalto empleado en la aplicación de pavimento, cuando se mezclan con asfalto modifican sus propiedades y forman una estructura química que incrementa el rango de temperatura a la que es empleado.

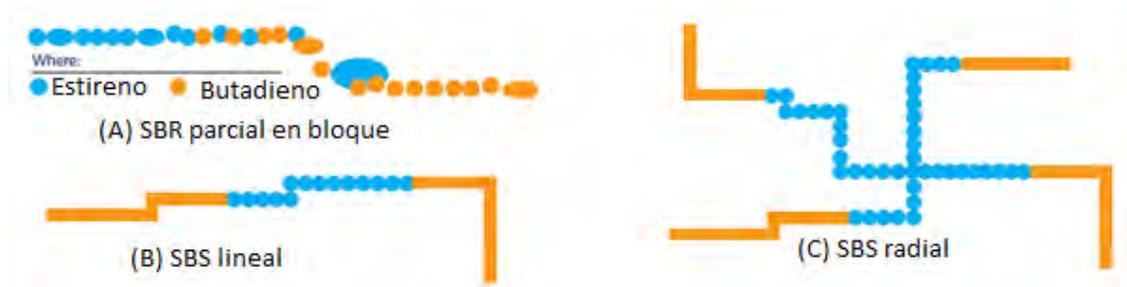


Figura 2.14 Estructuras de copolímeros para asfalto modificado.[18]

Los termoplásticos SBS son copolímeros de estireno y butadieno con una *configuración telebloque*, es decir, son tribloques poliestireno-polibutadieno-poliestireno. Las cadenas centrales de polibutadieno (de estructura lineal o radial) tienen bloques de poliestireno adheridos en sus extremos.

Los agregados moleculares son el resultado de diferentes moléculas que se asocian por la formación de dominios de poliestireno entre ellos. Son estos dominios rígidos los que establecen una red de tres dimensiones que da a los copolímeros SBS un

autoreforzamiento. Las cadenas centrales de polibutadieno, por el contrario, son flexibles y proporcionan al polímero sus propiedades elásticas y flexibilidad a bajas temperaturas.

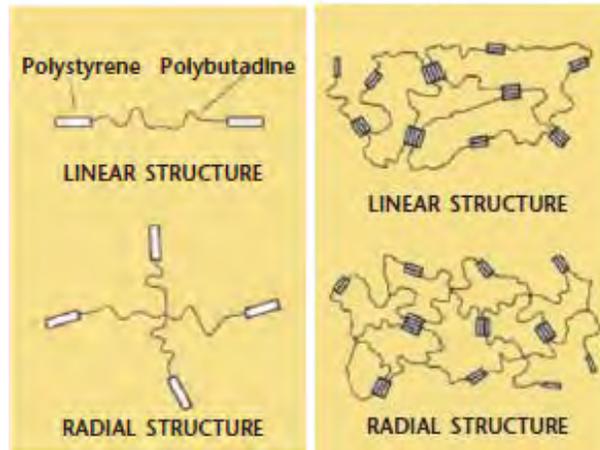


Figura 2.15 Estructuras lineal y radial de copolímeros SBS.[18]

La morfología de los copolímeros termoplásticos SBS consiste en dominios de poliestireno de geometría esencialmente esférica de aproximadamente 300 Angstrom de diámetro incrustados en una matriz de polibutadieno.

Cuando los termoplásticos SBS son mezclados con asfalto en proporción adecuada, los dominios de poliestireno se hinchan por la absorción de parte de las resinas y aceites dentro del bitumen. El copolímero hinchado, bajo la acción combinada del calor y las fuerzas de corte producidas en la mezcla, es dispersado en el asfalto.[18]

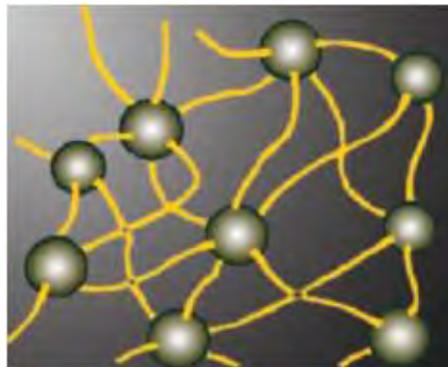


Figura 2.16 Morfología de copolímeros termoplásticos. [18]

2.4 Técnicas de caracterización.

La caracterización se refiere a las diferentes técnicas que se pueden aplicar para determinar las propiedades que posee un asfalto en específico. Existen técnicas estandarizadas (normas ASTM) que se utilizan para dichas caracterizaciones. A continuación se describen las pruebas que se realizaron en el presente trabajo:

2.4.1 Penetración. Estándar de prácticas para penetración de materiales bituminosos (ASTM D5).

La *penetración* es la prueba más común, involucra la determinación de la penetración de una aguja sobre una muestra de asfalto bajo condiciones específicas de temperatura, carga y tiempo, que para este caso son de 25 °C, 100 gramos y 5 segundos. La distancia que la aguja penetra se expresa en unidades de dmm (mm/10), medida entre valores de 0 a 300. Los asfaltos blandos pueden tener penetraciones mayores a estos valores.[19]

2.4.2 Temperatura de ablandamiento. Estándar de prácticas para punto de ablandamiento de un bitumen. (ASTM D36, Método del anillo y el balín).

La *temperatura de ablandamiento* está definida como la temperatura a la cual una película de asfalto fluye permitiendo que el balín (la carga) recorra, o penetre una distancia estándar. Es usado para clasificar los asfaltos usados en el techado industrial.[20]

2.4.3 Índice de penetración.

El método seguido en esta para la determinación del índice de penetración es el debido a Pfeiffer y Van Doormal, el cual proporciona un criterio para medir la susceptibilidad del betún a los cambios de temperatura y su comportamiento reológico. El *índice de penetración* (IP) se calcula a partir del valor de la penetración a 25 °C y del punto de ablandamiento del método del anillo y el balín.

Debido a que se observó un comportamiento lineal entre la penetración (PE) y el logaritmo de la temperatura (T), para calcular el valor del índice de penetración (IP), se hace uso de un término llamado susceptibilidad térmica (A), y se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$A = \frac{\log(PE_{T_1}) - \log(PE_{T_2})}{T_1 - T_2} = \frac{\log\left(\frac{PE_{T_1}}{PE_{T_2}}\right)}{T_1 - T_2} \quad (2.2)$$

Se encontró, mediante relaciones experimentales la penetración de un asfalto a la temperatura de ablandamiento a una T_1 y T_2 es de 800, que es cuando se presenta un comportamiento líquido de altaviscosidad. Sustituyendo en la ecuación la temperatura de ablandamiento (TA), la penetración a 25 °C (PE_{25}) y al extrapolar el valor de la penetración en este punto, la ecuación queda de la siguiente forma:

$$A = \frac{\log(800) - \log(PE_{25})}{T_A - 25} = \frac{\log\left(\frac{800}{PE_{25}}\right)}{T_A - 25} \quad (2.3)$$

Al evaluar de forma empírica una expresión para la susceptibilidad térmica con un parámetro IP, se llega a la siguiente expresión:

$$A = \frac{(20 - IP) * \frac{1}{50}}{10 + IP} \quad (2.4)$$

Finalmente, despejando el índice de penetración, la ecuación para este valor queda:

$$IP = \frac{20 - (500 * A)}{1 + (50 * A)} \quad (2.5)$$

El diagrama mostrado en el anexo II, empleado (preparado por la Unión Suiza de Profesionales de la Carretera) (V.S.S.) se ha establecido admitiendo, por una parte, que la variación de la penetración de un betún con la temperatura se puede representar por una línea recta si se utiliza escala logarítmica.

Diagrama del índice de penetración.

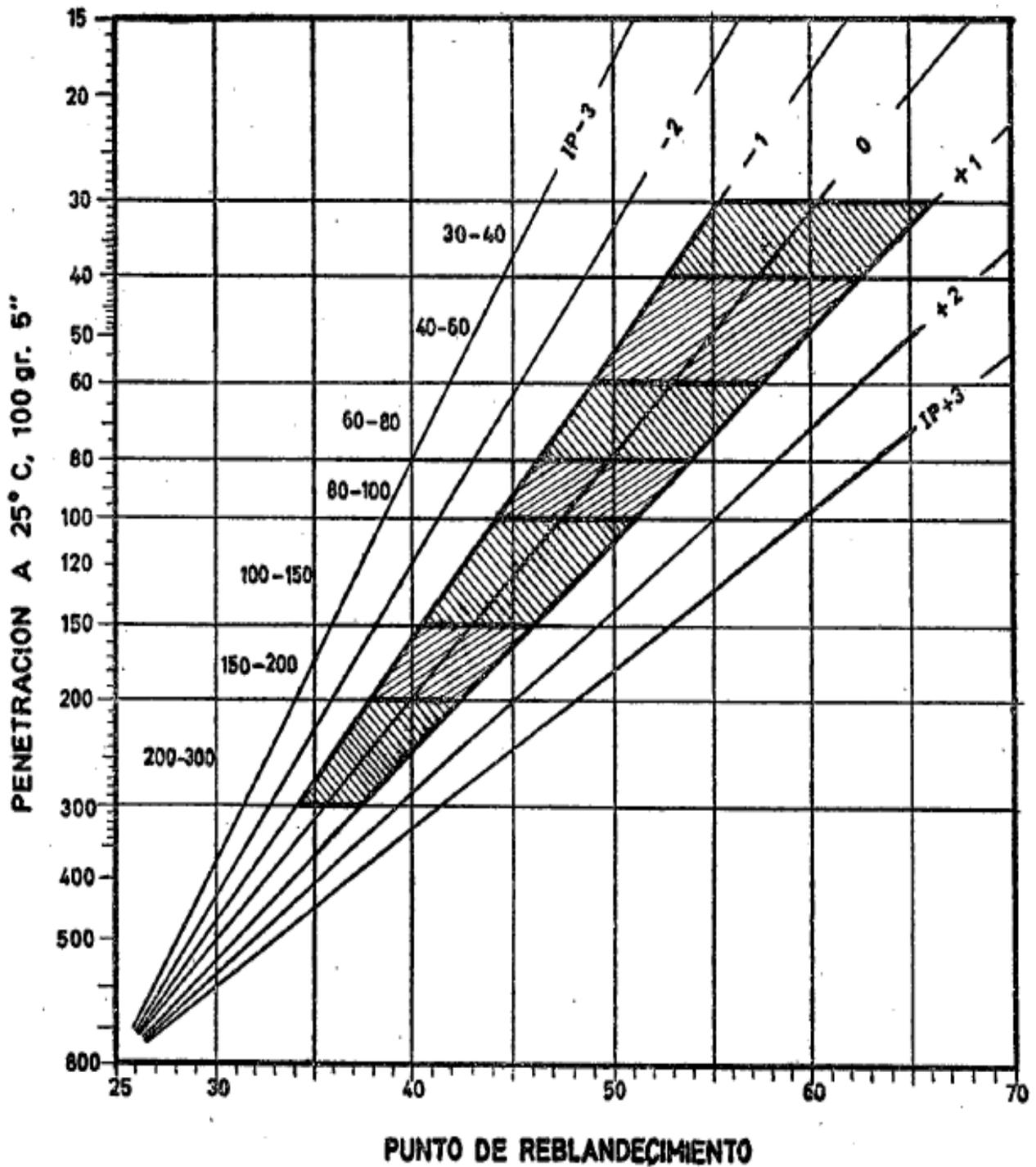


Figura 2.17 Las rectas inclinadas del diagrama corresponden a los valores del IP de -3 a +3, los siete campos destacados por rayado y limitados por los valores de la penetración y del IP de -1 a +1 responden a los tipos de betún normalizados por la V.S.S.[21]

Existe una estrecha relación entre el índice de penetración y el tipo de betún asfáltico, de acuerdo con el IP, los betunes pueden clasificarse de la siguiente forma:

2.4.3.1 IP < -1.

Estos asfaltos muestran un flujo puramente viscoso, poseen un comportamiento mecánico análogo al de los alquitranes pues son ricos en resinas y tienen alta susceptibilidad a la temperatura.

2.4.3.2 IP de -1 a +1.

Los asfaltos muestran elasticidad y algo de tixotropía (propiedad de un fluido para reducir su viscosidad por aplicación de calor o energía mecánica en función del tiempo). Se les denomina *asfaltos tipo sol* o *asfaltos normales*; la mayoría de los betunes de penetración empleados en carreteras pertenecen a este grupo, es decir, son ideales para la construcción y pavimentación.

2.4.3.3 IP > +1.

Debido a la forma de su estructura, estos asfaltos muestran elasticidad y tixotropía en una gran amplitud. Se les denomina *asfaltos gel* o *asfaltos tipo soplado*. Tienen poca susceptibilidad a la temperatura.[21]

2.4.4 Susceptibilidad térmica.

La *susceptibilidad térmica* (A) de un asfalto, indica la tendencia del mismo a cambiar sus características en función de la temperatura a la que es expuesto. Un valor de A mayor con respecto a otro a otro implica, mayor susceptibilidad térmica, es decir, sus propiedades mecánicas cambian más rápidamente con una ligera perturbación en su temperatura y por tanto son más inestables. Un valor de A menor con respecto a otro implica, por tanto, menor susceptibilidad térmica y mayor estabilidad.[22]

2.4.5 Segregación. Estándar de Prácticas para la Determinación de la Tendencia a la Separación de Polímero en Asfaltos Modificados con Polímero (ASTM D7173-5).

En el asfalto existe una relación maltenos-asfaltenos que implica una relativa compatibilidad entre ambos. Al agregar algún agente modificador al asfalto, éste interactúa directamente con los maltenos absorbiéndolos, se da entonces una competencia entre los asfaltenos y el modificador por ellos.

La *segregación* (SG) es el efecto de la separación natural entre los componentes del asfalto, este efecto se acelera con la temperatura y llega a su máxima segregación teórica a 180 °C en 24 horas. Se favorece además por condiciones de almacenamiento estático.[23]

2.4.6 Viscosidad.

Esta norma describe un procedimiento para la medición de la viscosidad aparente de un asfalto en un intervalo entre 38 °C y 200 °C, empleando un viscosímetro rotacional (Brookfield modelo DV-III +).[24]

Esfuerzo cortante (S str): Es la fuerza por unidad de superficie requerida para mantener una velocidad constante de movimiento de un fluido. Sus unidades son: $\frac{d}{cm^2}$

Rapidez de deformación (S rate): Es una magnitud que mide el cambio de deformación de un fluido respecto al tiempo. Sus unidades son s^{-1} .

2.4.7 Microscopía de fluorescencia.

El análisis de las muestras modificadas de asfalto por microscopía de fluorescencia da una idea de la distribución de la fase rica en polímero de la mezcla. En general, el tipo de mezclas preparadas empleando copolímeros estireno-butadieno, al examinarse por

microscopía de fluorescencia, generan imágenes de contraste, exhibiendo campos claros y oscuros.

Las zonas claras corresponden a la fase rica en polímero, mientras que las zonas oscuras corresponden a los maltenos, esto es debido a que únicamente la fase rica en polímero manifiesta fluorescencia: la luz ultravioleta es absorbida por el asfalto, dando lugar a puntos oscuros o negros, mientras que el polímero no sólo absorbe, sino que posteriormente reemite la energía en forma de luz fluorescente, dando lugar a zonas blancuzcas en la imagen.[6]

3. OBJETIVOS

3.1 Objetivo general

Modificar asfalto grado PG64-22 con un elastómero termoplástico de estireno butadieno, tribloque SBR, con un contenido de poliestireno de 30% m/m en bloque, determinar la estabilidad de fases de las mezclas, caracterizar sus propiedades termo-mecánicas: temperatura de ablandamiento y penetración.

3.2 Objetivos particulares

- Caracterizar el lote de asfalto PG64-22 mediante penetración y temperatura de ablandamiento.
- Preparar mezclas de asfalto empleando concentraciones al 1%, 2%, 5% y 10% m/m de polímero.
- Caracterizar los asfaltos modificados mediante penetración y temperatura de ablandamiento.
- Determinar el parámetro índice de penetración mediante los datos combinados de la temperatura de ablandamiento y de penetración de los asfaltos modificados.
- Realizar pruebas de estabilidad de fases (prueba de segregación) en los asfaltos modificados.
- Caracterizar por penetración y temperatura de ablandamiento las muestras de segregación.
- Determinar la viscosidad de los asfaltos modificados mediante un viscosímetro rotacional (Brookfield modelo DV-III +).
- Obtener imágenes de microscopía de fluorescencia de los asfaltos modificados.
- Reportar resultados y elaborar conclusiones.

3.3 Metodología experimental

Se hará la modificación del asfalto mediante el método de mezclado en caliente, se aplicará la prueba de estabilidad de fases en almacenamiento estático y finalmente se caracterizarán las muestras por temperatura de ablandamiento, penetración, viscosidad y microscopía de fluorescencia.

4. DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.1 Materiales.

4.1.1 Sustancias.

- Aceite inorgánico, resistente a la degradación térmica a más de 200 °C.
- Agua.
- Asfalto grado PG64-22.
- Etilenglicol.
- Grasa de silicón.
- N-heptano.
- Polímero Solprene 4318.

Este polímero, descrito comercialmente como polímero telebloque 1,3-butadieno-estireno o copolímero termoplástico 1,3-butadieno-estireno, es un polímero termoplástico con bloques de estireno-butadieno, lineal, con un contenido de estireno total de 32%, del cual en su mayoría se encuentra presente formando un bloque de poliestireno.

Fue una donación de la empresa Dynasol Elastómeros S.A. de C.V.



(a)



(b)

Figura 4.1 Polímero y asfalto. (a) Polímero Solprene 4318 y (b) Asfalto Grado PG64-22.

4.1.2 Instrumentos de laboratorio.

- Aguja de acero inoxidable de 1 mm de diámetro y 5 cm de profundidad estandarizada para prueba de penetración.[19]
- Anillos centradores de balines para los anillos estandarizados.[20]
- Anillos estandarizados para prueba de temperatura de ablandamiento.[20]
- Balines estandarizados para prueba de temperatura de ablandamiento.[20]
- Charolas de aluminio de 5 cm de diámetro y 1.5 cm de profundidad.
- Columpio para soportar los anillos estandarizados para prueba de temperatura de ablandamiento.[20]
- Contenedores de aluminio de 6.5 cm de diámetro y 15.5 cm de profundidad.
- Elevador mecánico de 11.43 cm.
- Penetrómetro marca HUMBOLDT. Modelo SHP 200 y pesa de 50 g.[19]
- Propela de acero inoxidable de tres aspas.
- Recipientes de mezclado de 6 cm de diámetro y 5.5 cm de profundidad.
- Soporte de cámaras de muestra.
- Spindle del número 27.
- Termómetro digital marca BARNANT 90. Modelo 600-2830.
- Termopar tipo J de 4 mm.
- Tubo metálico de 2.5 cm de diámetro y 12 cm de largo.
- Tubo portamuestra de viscosímetro BROOKFIELD.
- Vaso de precipitados de 1 litro.

4.1.3 Aparatos eléctricos.

- Controlador de temperatura marca BARNANT.
- Microscopio de fluorescencia.
- Motor agitador marca CAFRAMO.
- Parilla eléctrica marca NEUHOUSE.

- Parrilla eléctrica con agitación magnética marca CIMAREC. Modelo Thermo-Scientific con intervalo de 5°C a 530 °C.
- Transformador de voltaje (variac) marca STACO ENERGY. Modelo 3EPN1010B.
- Viscosímetro rotacional marca BROOKFIELD. Modelo DV-III +.

4.2 Modificación del asfalto.

4.2.1 Asfalto sin modificar.

A una muestra del lote de asfalto original, sin modificar, se le dio el mismo tratamiento térmico que a las demás muestras que sí fueron modificadas, esto con el propósito de que todas tuvieran la misma historia térmica. Esta muestra será considerada como un asfalto de referencia, un blanco que nos permita establecer comparaciones con las mezclas obtenidas por el mismo tratamiento térmico. El procedimiento que se llevó a cabo se describe a continuación:

1. Montar el equipo como se muestra en la figura 4.2.
2. Fundir el asfalto PG64-22 (aproximadamente a 100 °C).
3. Colocar 100 gramos del asfalto en un recipiente de mezclado.
4. Poner el recipiente con asfalto en un baño de aceite.
5. Colocar la propela de tal forma que quede suelta y centrada sobre la superficie del asfalto.
6. Calentar gradualmente hasta alcanzar 180 °C. La propela se hundirá al fundir el asfalto.
7. Levantar la propela medio centímetro y fijarla.
8. Seleccionar una agitación de 200 RPM.
9. Mantener la temperatura constante con ayuda de un controlador de temperatura y un transformador de voltaje (variac).
10. Mantener el asfalto bajo las condiciones de T y agitación mencionadas 3 horas.
11. Al concluir el tiempo, detener la agitación y apagar los equipos.

12. Verter el asfalto en una charola de aluminio, en un anillo, en un tubo metálico y en un tubo portamuestra, para las determinaciones de temperatura de ablandamiento, penetración, segregación y viscosidad como se muestra en la figura 4.3.

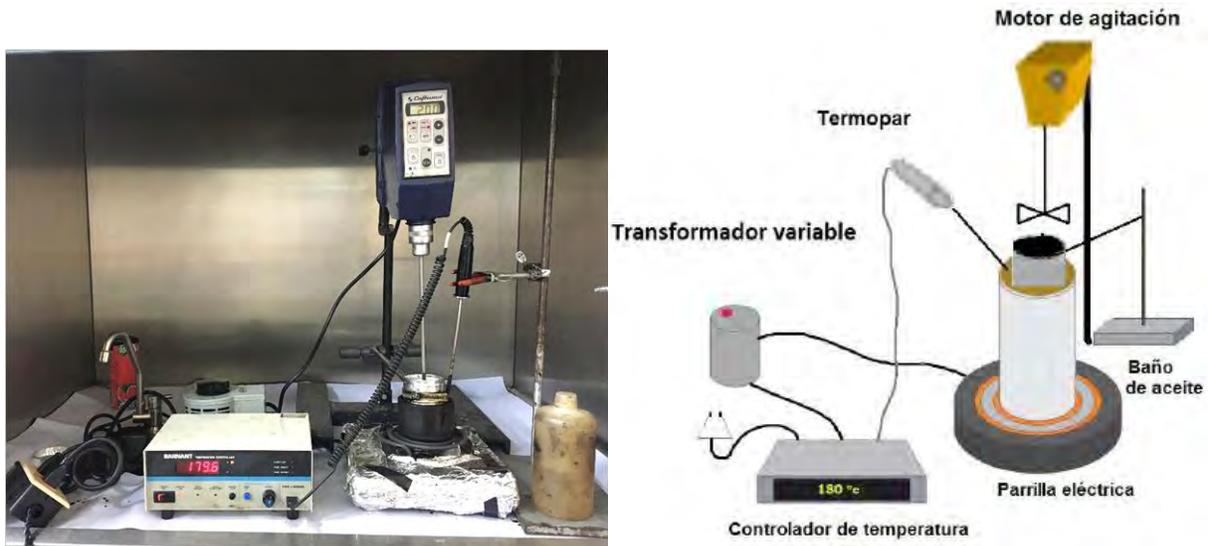


Figura 4.2 Equipo para modificación de asfaltos.



Figura 4.3 Anillo, charola, tubo metálico y portamuestra Brookfield, conteniendo asfalto.

4.2.2 Mezclas de asfalto.

Se elaboraron 4 mezclas de asfalto grado PG64-22 con 1%, 2%, 5% y 10% m/m del polímero Solprene 4318. Los recipientes de mezclado latas se llenaron de tal forma que la cantidad total de asfalto más polímero fuera de 100 gramos: 4 latas con 99g, 98g, 95g y 90g de asfalto a las cuales posteriormente se les agregó la cantidad de 1g, 2g, 5g y 10g gramos de polímero respectivamente.

Para la preparación de las mezclas se consideró que la cantidad resultante tenía que ser suficiente para llevar a cabo todas las pruebas que se aplicarían a cada asfalto modificado. Puede prepararse inicialmente una mayor cantidad previendo que algún experimento puede salir mal o simplemente para repetirlo y verificar que el dato tomado previamente es confiable.

4.2.3 Asfalto modificado.

Para modificar el asfalto se llevó a cabo el mismo procedimiento que para la prueba de asfalto sin modificar. Esta vez, después de fijar la propela, se seleccionó una velocidad de 300 RPM, se añadió con ayuda de una espátula y durante un intervalo de 30 minutos a 60 minutos el polímero, el cual fue previamente cortado finamente. A partir de ese momento comenzaron las 3 horas de modificación bajo condiciones, como se hizo anteriormente, de 200 RPM y 180 °C, esto se puede observar en la fig. 4.4.



Figura 4.4 Modificación de asfalto a 180 °C y 200 RPM.

Al concluir el tiempo de la modificación, se llenaron nuevamente con el asfalto una charola de aluminio, un anillo, un portamuestra Brookfield y un tubo metálico para llevar a cabo la

prueba de segregación, este tubo es de lámina metálica depresible, fácilmente seccionable mediante tijeras o navaja.

La modificación se llevó a cabo en un tiempo de tres horas, que es el considerable para que el polímero se incorpore al asfalto. Se seleccionó la velocidad de agitador en 200 RPM, con estas revoluciones el polímero iba incorporándose de forma continua y la velocidad era la adecuada para que no se derramara el asfalto sobre el equipo.

4.3 Pruebas de caracterización.

4.3.1 Prueba de penetración.

La prueba se llevó a cabo mediante el siguiente procedimiento (ASTM D5).

1. Colocar en un baño de agua a 25 °C la charola de aluminio con asfalto modificado.
2. Esperar una hora para que la temperatura en toda la muestra sea uniforme.
3. Insertar la aguja en el penetrómetro y fijarla.
4. Ajustar el penetrómetro para que la lectura de penetración sea de cero.
5. Colocar un elevador (gato) y encima de él la muestra.
6. Subir el gato hasta que la punta de la aguja toque ligeramente la superficie de la muestra.
7. Presionar durante 5 segundos el mando (liberar la aguja) para que la aguja penetre la muestra.
8. Tomar lectura de la penetración.
9. Bajar el elevador para que la muestra se separe de la aguja.
10. Limpiar de forma vertical la aguja con estopa empapada de n-heptano.
11. Repetir los puntos del 4 al 10 10 veces, con la aguja en una parte de superficie diferente.
12. Tomar el promedio de los datos y reportarlo como el valor de la penetración.[25]



Figura 4.5 Penetrómetro.

Algunas especificaciones del equipo de penetración son que los valores de penetración se reportan en décimas de mm ($1/10$ mm), la masas de las diferentes partes del equipo son: del huso (47.5 ± 0.05) g, de la aguja (2.5 ± 0.05) g, de la pesa (disco) colocado en la parte superior del huso 50 g, lo que da un peso total de la carga de (100 ± 0.05) g.[26]

Para realizar esta prueba, en caso de no contar con las charolas con las que se realizó este trabajo, se pueden elaborar manualmente pequeños recipientes para contener este asfalto, lo que se pretende es que la superficie del mismo sea adecuada para realizar la prueba.

La prueba se puede realizar sin el tratamiento previo del baño de agua a $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, si esta temperatura es igual a la temperatura ambiente del lugar, en este caso hay que cerciorarse que permanezca constante durante el tiempo en que se realiza la prueba.

4.3.2 Prueba de temperatura de ablandamiento.

Para esta prueba, se llevó a cabo el siguiente protocolo (ASTM D36):

1. Verter en un vaso de precipitados de 1 litro, 700 mL de agua.
2. Colocar los anillos entandarizados con las muestras de asfalto en el columpio.
3. Centrar un balín en cada anillo con ayuda del anillo centrador.
4. Sumergir el columpio con las muestras colocadas en el baño de agua.
5. Preparar una rampa de 5 °C/min, para este volumen de agua y temperatura ambiente de $(23 \pm 1) ^\circ\text{C}$, se programa la parrilla a 425 °C.
6. Calentar el baño de agua en una parrilla eléctrica con agitador magnético.
7. Observar atentamente que el asfalto comienza a ablandarse.
8. Registrar la temperatura a la que el balín cae con el asfalto y toca la parte inferior del rack.

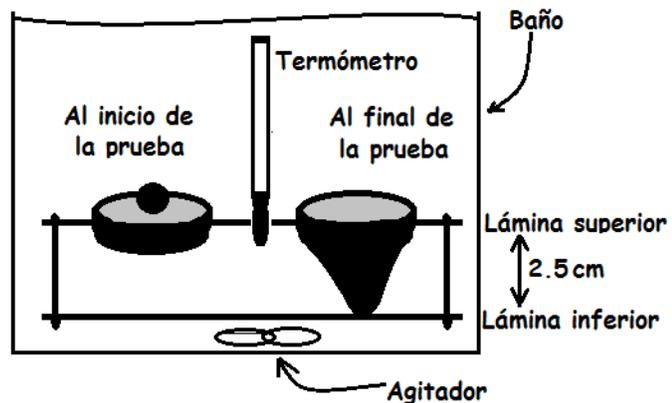
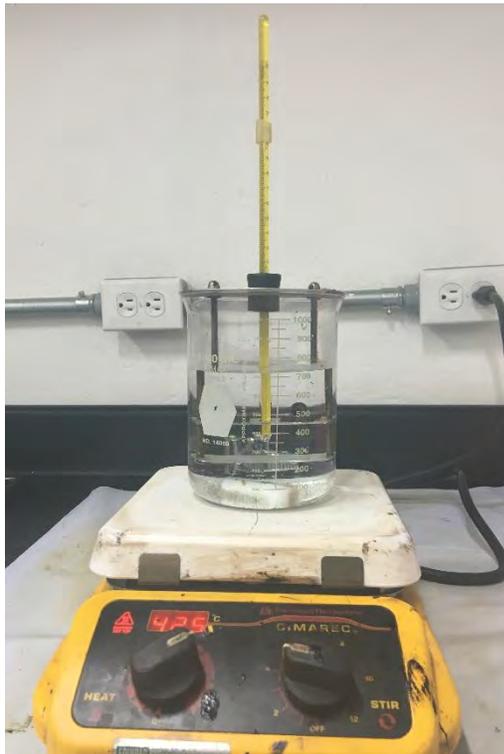


Figura 4.6 Equipo de temperatura de ablandamiento.

Para el experimento de ablandamiento, el anillo debe ser previamente preparado si es que quedó un exceso de asfalto en la parte de arriba del mismo, es decir, el asfalto debe quedar al ras de los bordes del anillo; este corte se debe realizar al menos un día después de que fue vertido y la prueba hacerse al menos un día después de que fue cortado, esto para permitir que el asfalto repose y el centro del mismo no esté caliente.[27]

Al iniciar la prueba, el balón debe estar bien centrado sobre el anillo para evitar que a la hora de caer lo haga de lado o que se atore. La norma recomienda que a temperaturas mayores a 80 °C se use etilenglicol en lugar de agua para que la formación de burbujas propias del cambio de estado no influyan en la caída del balón, debido a ello, el experimento con la muestra segregada al 10% de polímero se repitió, empleando la segunda vez etilenglicol.

3.3.3 Prueba de segregación.

El procedimiento empleado se describe a continuación (ASTM D7173):

1. Preparación del baño de calentamiento. Verter aceite inorgánico hasta aproximadamente un tercio de un recipiente de aproximadamente 6.5 cm de diámetro por 15.5 cm de altura.
2. Para mantener sujetas verticalmente las muestras, atravesar con un alambre la parte superior de cada tubo de metal depresible portamuestra. Es posible colocar hasta cuatro portamuestras con asfalto.
3. Doblar el alambre de tal forma que en los extremos se pueda colgar de los bordes del baño.
4. Colocar el baño con las muestras en una parrilla y colocar aislante térmico alrededor del baño.
5. Elevar la temperatura del aceite hasta 180 °C, auxiliarse de un controlador de temperatura y un transformador de voltaje (variac).
6. Comprobar mediante un termopar que la temperatura permanezca constante por tres horas.

7. Transcurrido el tiempo, dejar enfriar, reposar, extraer los tubos portamuestra y limpiar el aceite.
8. Cortar por la mitad el tubo con la muestra (la parte de arriba se denominará cabeza y la parte de abajo se llamará cola).
9. Verter muestras de la cabeza y de la cola en charolas de aluminio y anillos por separado.
10. Realizar a las charolas y anillos las pruebas de penetración y ablandamiento ya descritas.

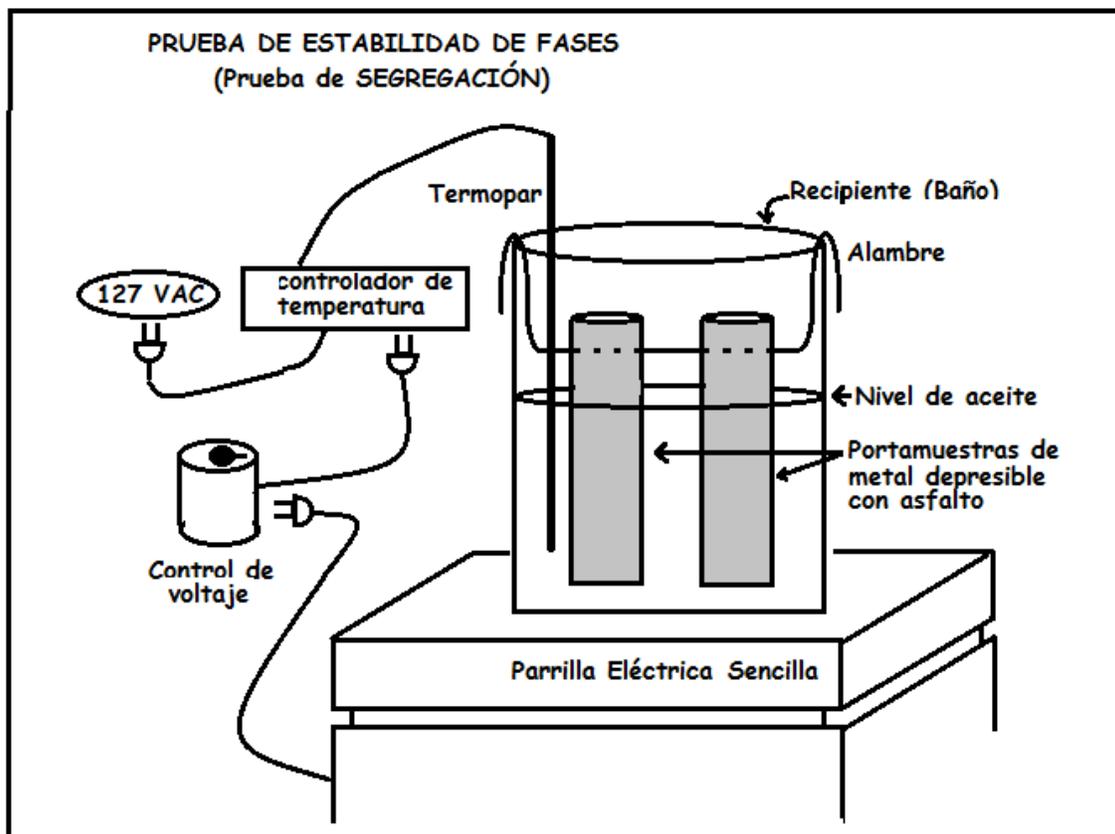


Figura 4.7 Interior del equipo de segregación.

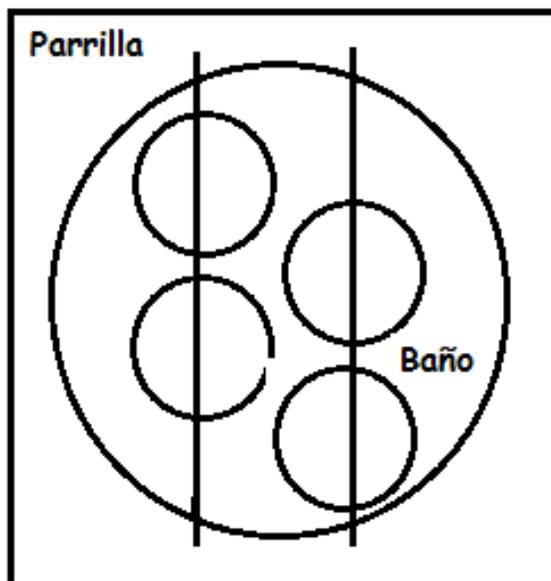


Figura 4.8 Vista “aérea” del equipo de segregación.
Dos alambres con un total de cuatro portamuestras.

En la prueba de segregación, se consideró permitir la permanencia de las muestras de forma estática y a 180 °C por tres horas ya que con pruebas anteriores, se ha observado que desde las dos horas se lleva a cabo (si es que la hay) la segregación.[28] Puede realizarse la prueba de segregación de varios tubos al mismo tiempo, teniendo el debido cuidado para evitar que el asfalto se derrame o que el aceite que se dilata pueda contaminar las muestras.

4.3.4 Medición de viscosidad.

El procedimiento que se siguió para esta prueba es el siguiente (IRAM 6837):

1. Encender el equipo para realiza la prueba, el cual consta de un horno controlador de temperatura y el viscosímetro Brookfield.
2. Seleccionar una temperatura de 180 °C en el controlador del horno (termocelda), esperar a que se estabilice.
3. En el Brookfield, presionar cualquier tecla para tarar en cero el equipo (autozeroing).
4. Colocar el tubo portamuestra dentro del horno (termocelda).

5. Presionar SELECT SPDL para seleccionar el número del spindle (husillo) a utilizar y presionarlo.
6. Colocar el spindle en el cabezal del eje del viscosímetro y manipular el elevador, gato, para que la muestra cubra hasta la parte superior de la forma cilíndrica, donde disminuye su diámetro el spindle.
7. Seleccionar las revoluciones por minuto (RPM) para comenzar el ensayo.
8. Registrar los valores para los que el torque esté entre 10 y 90 por ciento.
9. Presionar el botón SELECT DISP para cambiar en la pantalla el valor que deseamos (torque, viscosidad, esfuerzo e índice de corte).
10. Para realizar una medición a diferentes RPM, presionar MOTOR ON/OFF, ingresar el número de revoluciones, oprimir la tecla ENTER y nuevamente MOTOR ON/OFF.
11. Terminada la experimentación retirar el spindle y sacar la el tubo portamuestra del horno.
12. Apagar el Brookfield y el controlador de temperatura.



Figura 4.9 Brookfield y termocelda. Componentes del equipo de viscosidad.

Para el uso de este equipo hay que considerar ciertos criterios, por ejemplo, sobre a qué altura del usillo debe quedar la muestra de asfalto y ya que no se cuenta con un manual que especifique ello, para este trabajo se eligió que al comenzar a reducirse el tamaño del diámetro por lo que es importante que todas las mediciones se realicen de la misma forma para reducir el error.

Un error típico asociado a los viscosímetros es el porcentaje del torque dentro del cual se debe trabajar, el manual del equipo nos indica que debe de ser a torques mayores de 10 y menores de 90 por ciento, que es cuando nos asegura que el equipo nos proporcionará datos confiables y con un menor error asociado.

4.3.5 Morfología del asfalto modificado.

El procedimiento para analizar la morfología del polímero en el asfalto mediante microscopio es el siguiente:

1. Preparar el programa Acquire en la computadora.
2. Introducir la muestra en una charola de aluminio de 61 mm de diámetro interno y 25 mm de altura.
3. Colocar la charola en el microscopio.
4. Centrar el objetivo y comenzar a buscar el polímero.
5. Capturar la imagen y guardarla con la extensión deseada (.jpg).
6. Continuar tomando otras micrografías.

La lámpara puede utilizarse un máximo de 2 horas y sólo ha de encenderse de nuevo después de una hora. Los datos técnicos son: microscopio de la marca Karl Zeiss con lámpara de luz ultravioleta de (390-420) nm, objetivo de 10x, 20x y 50x y temperatura ambiente de (23-26) °C aproximadamente.[22]

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1 Determinación de la penetración.

Para cada muestra de asfalto modificado se determinó el valor de la penetración como el promedio de las diez mediciones efectuadas, el valor final fue redondeado a un número entero. La tabla 5.1 y la figura 5.1 muestran los valores obtenidos:

Tabla 5.1 Penetración.

Muestra (% polímero)	Valor de penetración (1/10 mm)
0	51 ± 1.83
1	42 ± 0.82
2	39 ± 0.69
5	36 ± 1.25
10	33 ± 2.19

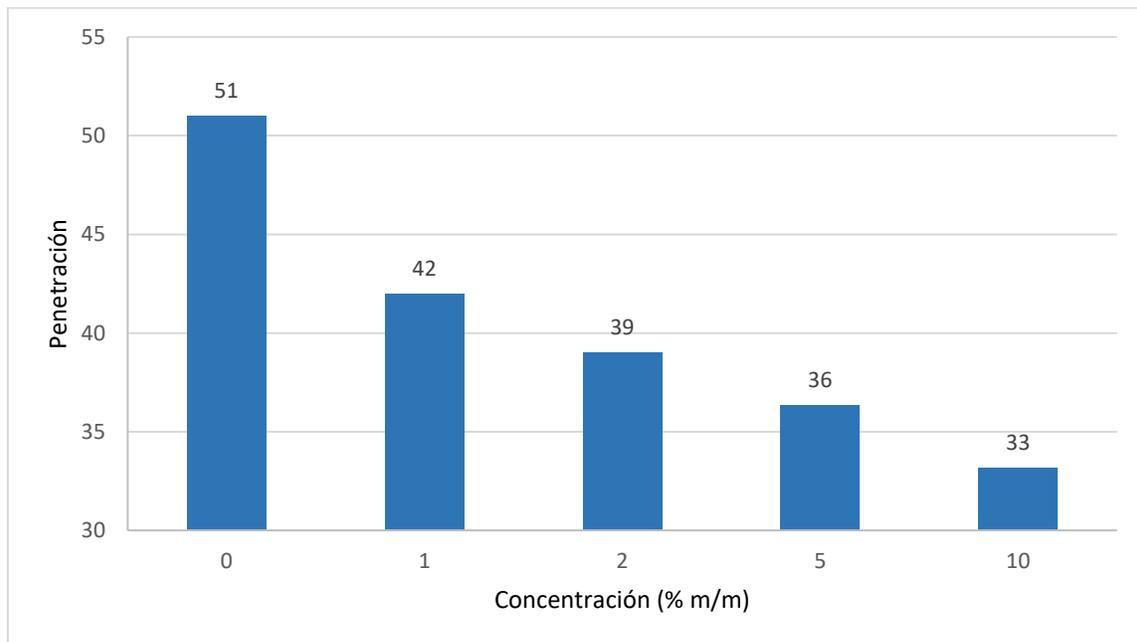


Figura 5.1 Penetración vs. concentración de polímero.

Los resultados y la gráfica permiten realizar el siguiente análisis:

- El valor de la penetración del asfalto sin modificar, el cual definimos como el blanco (ver pág. 38) no se conserva en las mezclas, ya que la presencia del polímero incide sobre la penetración del asfalto modificado.
- El valor de la penetración varía también a diferentes concentraciones de polímero.
- A mayor concentración de polímero, la penetración disminuye.
- El mayor cambio en el valor de la penetración fue del blanco a 1% m/m de polímero: 9 unidades.
- A partir de 1% m/m y hasta 10 % m/m de polímero, la penetración disminuye 3 unidades en cada caso.

5.2 Determinación de la temperatura de ablandamiento.

Para cada muestra de asfalto modificado se determinó el valor de la temperatura de ablandamiento mediante el procedimiento antes descrito. Las incertidumbres asociadas a los valores de la prueba de temperatura de ablandamiento, son las que indica el estándar ASTM D36 de 2 °C (ver Anexo III). En la tabla 5.2 y la figura 5.2 se muestran los valores obtenidos:

Tabla 5.2 Temperatura de ablandamiento.

Muestra (% polímero)	Temperatura (°C)
0	51 ± 2
1	54 ± 2
2	57 ± 2
5	64 ± 2
10	80 ± 2

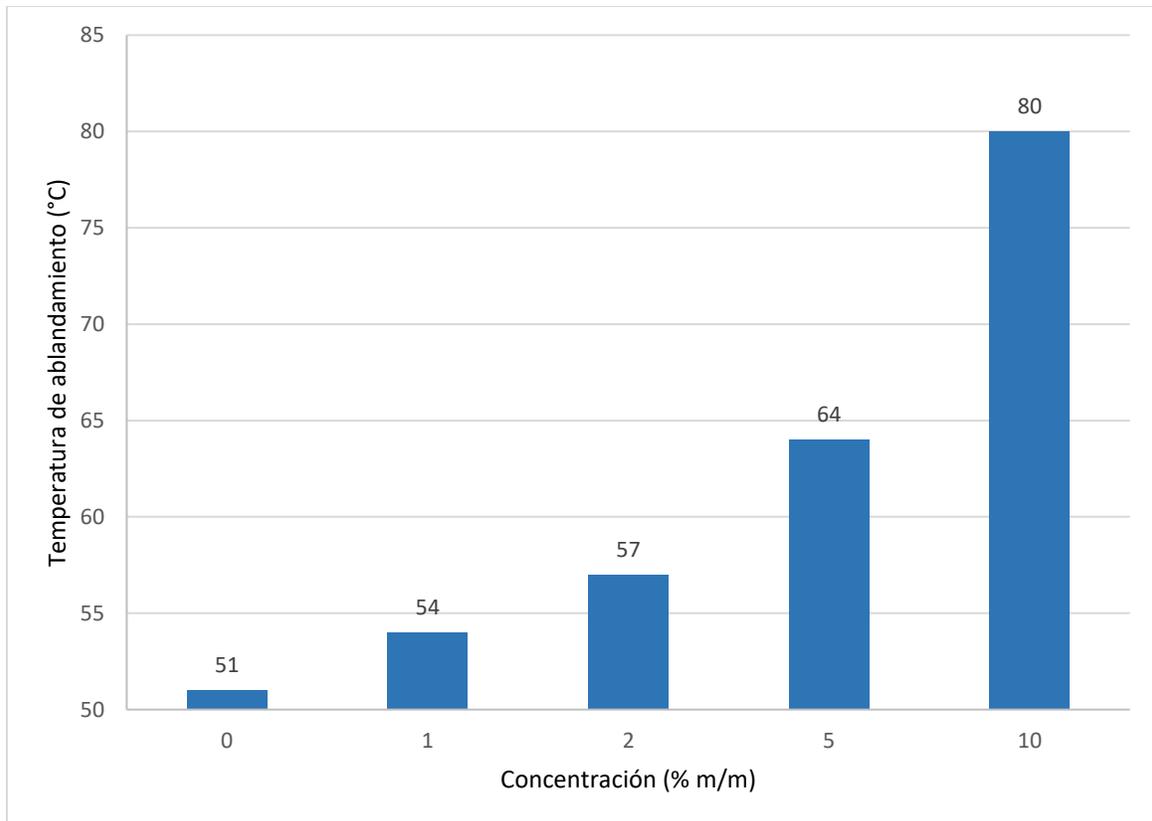


Figura 5.2 Temperatura de ablandamiento vs. concentración de polímero.

Los resultados y la gráfica permiten realizar el siguiente análisis:

- La temperatura de ablandamiento del blanco no se mantiene para las mezclas, ya que la presencia del polímero incide sobre la temperatura de ablandamiento del asfalto modificado.
- El valor de la temperatura de ablandamiento varía también a diferentes concentraciones de polímero.
- A mayor concentración de polímero, la temperatura de ablandamiento aumenta.
- El mayor cambio en el valor de la temperatura fue de 5% m/m a 10% m/m de polímero: 16 °C.
- A partir del blanco hasta 2%, la temperatura aumenta 3 °C y de 2% m/m a 5% m/m de polímero, aumenta 7 °C.

5.3 Cálculo del índice de penetración.

Con los resultados anteriores, se obtuvieron los siguientes valores de índice de penetración IP para las diferentes muestras que se muestran en la tabla 5.3. Para visualizar y analizar la tendencia que sigue el índice de penetración se elaboró la figura 5.3.

Tabla 5.3 Índice de penetración.

Muestra (% polímero)	Susceptibilidad A	Índice de penetración IP
0	$0.05 \pm 0.01 \times 10^{-1}$	$-0.9 \pm 0.8 \times 10^{-1}$
1	$0.04 \pm 0.01 \times 10^{-1}$	$-0.6 \pm 0.4 \times 10^{-1}$
2	$0.04 \pm 0.01 \times 10^{-1}$	$-0.2 \pm 0.4 \times 10^{-1}$
5	$0.03 \pm 0.01 \times 10^{-1}$	$1.0 \pm 0.7 \times 10^{-1}$
10	$0.03 \pm 0.01 \times 10^{-1}$	$3.3 \pm 1.2 \times 10^{-1}$

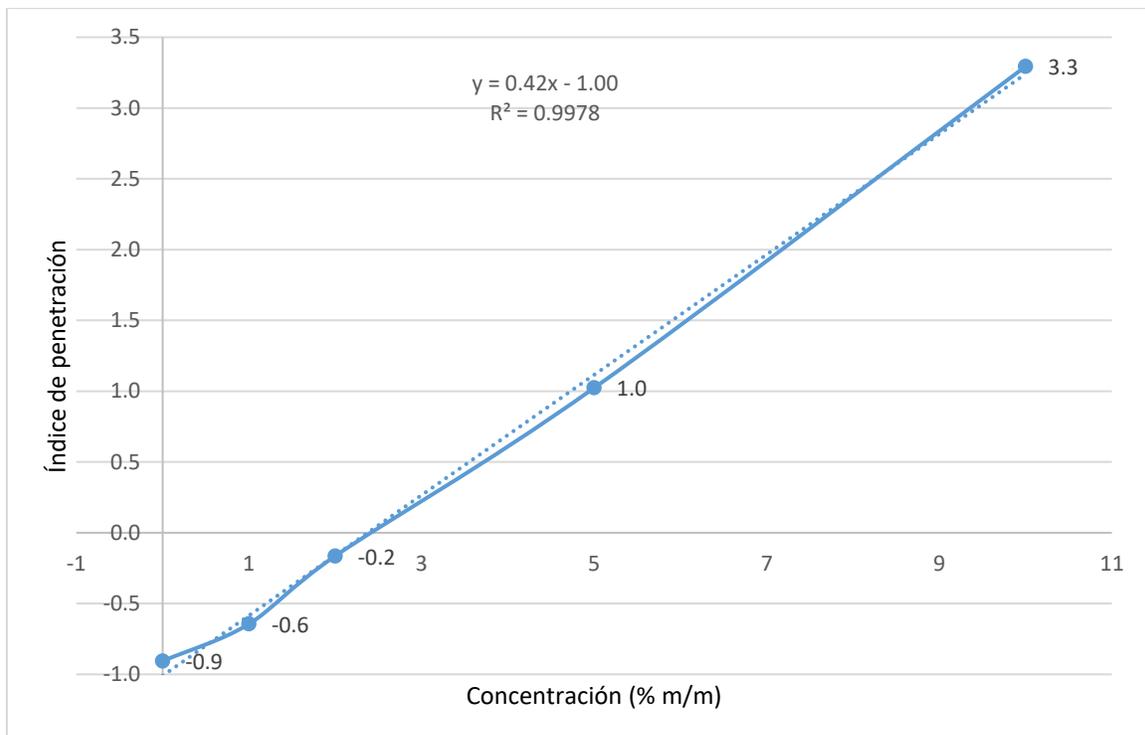


Figura 5.3 Índice de penetración vs. concentración de polímero.

Los resultados y la gráfica permiten realizar el siguiente análisis:

- El índice de penetración del blanco es menor que los correspondientes índices de los asfaltos modificados.
- A mayor concentración de polímero, el índice de penetración aumenta.
- El mayor cambio en el valor del índice de penetración fue de 5% m/m a 10% m/m de polímero: 2.3 unidades.
- Del blanco al 1% m/m de polímero, el índice de penetración aumenta 0.3 unidades; de 1% m/m a 2% m/m de polímero, 0.4 unidades y de 2% m/m a 5% m/m de polímero, 1.2 unidades.
- A mayor concentración de polímero, disminuye la susceptibilidad térmica A (ver pág. 31).
- El blanco, que tiene un valor más grande de susceptibilidad térmica, cambia más rápidamente su comportamiento termomecánico con alguna perturbación.
- El asfalto con 10% m/m de polímero que tiene la mayor susceptibilidad térmica A, tendrá la menor resistencia a cambiar sus propiedades mecánicas por efecto de la temperatura.
- La tendencia que se observa en la figura 5.3 obedece a un comportamiento lineal, con una ecuación $y = 0.42x - 1.00$ y una R^2 de 0.9978.
- La ordenada al origen que proporciona la ecuación anterior, que tiene un valor de -1.0098, indica el índice de penetración que tiene en teoría el asfalto sin modificar, mismo que es únicamente 0.10 unidades menor que el valor del índice de penetración experimental obtenido, que es de -0.9.
- La pendiente que proporciona la ecuación anterior, que tiene un valor de 0.42, indica el aumento proporcional del índice de penetración con respecto al cambio de concentración del polímero en la muestra. Lo anterior, significa que por cada 1% m/m de polímero agregado al asfalto, el índice de penetración aumentará 0.42 unidades, esto se comprueba con el cambio de (1-2) % m/m de polímero en el cual el índice de penetración aumentó 0.4 unidades, lo que significa una diferencia de 0.02 con respecto al valor teórico esperado.

- Con la información de la gráfica, al interpolar y dada cierta concentración de polímero, se puede conocer el índice de penetración o viceversa.
- Gracias a lo anterior, se conoce el valor límite teórico de concentración de polímero en el cual un asfalto se considera tipo sol o normal, el ideal para la construcción y pavimentación, el cual es de aproximadamente 5% m/m de polímero (sin tomar en cuenta aún el efecto de la segregación).
- El rango dentro del cual se encuentran también los asfaltos tipo sol involucran los que están al 1%, 2% y 5% m/m de polímero.
- Los resultados obtenidos son válidos para el diagrama del IP que normalizó la V.S.S. (que se mostró en el capítulo 2 del presente trabajo): conociendo el IP y un valor, ya sea penetración o ablandamiento, se puede conocer el otro con ayuda del diagrama sin la necesidad de realizar cálculos.

5.4 Prueba de segregación.

A partir de las muestras de la prueba de segregación se obtuvieron los valores de penetración y temperatura de ablandamiento que se muestran en las tablas 5.4 y 5.5 para cada porcentaje de polímero, tanto de las muestras de la cabeza como de la cola.

Con el fin de comparar los resultados de las muestras segregadas con la mezcla sin segregar y observar de forma más fácil estos datos, se muestran también las figuras 5.4, 5.5 que se muestran cada una después de su gráfica.

Tabla 5.4 Penetración de las muestras segregadas.

Muestra (% polímero)	Cabeza (1/10 mm)	Cola (1/10 mm)
1	42.00 ± 2.56	41.00 ± 1.15
2	39.00 ± 2.77	37.00 ± 2.03
5	48.00 ± 1.89	32.00 ± 0.69
10	64.00 ± 1.37	19.00 ± 1.07

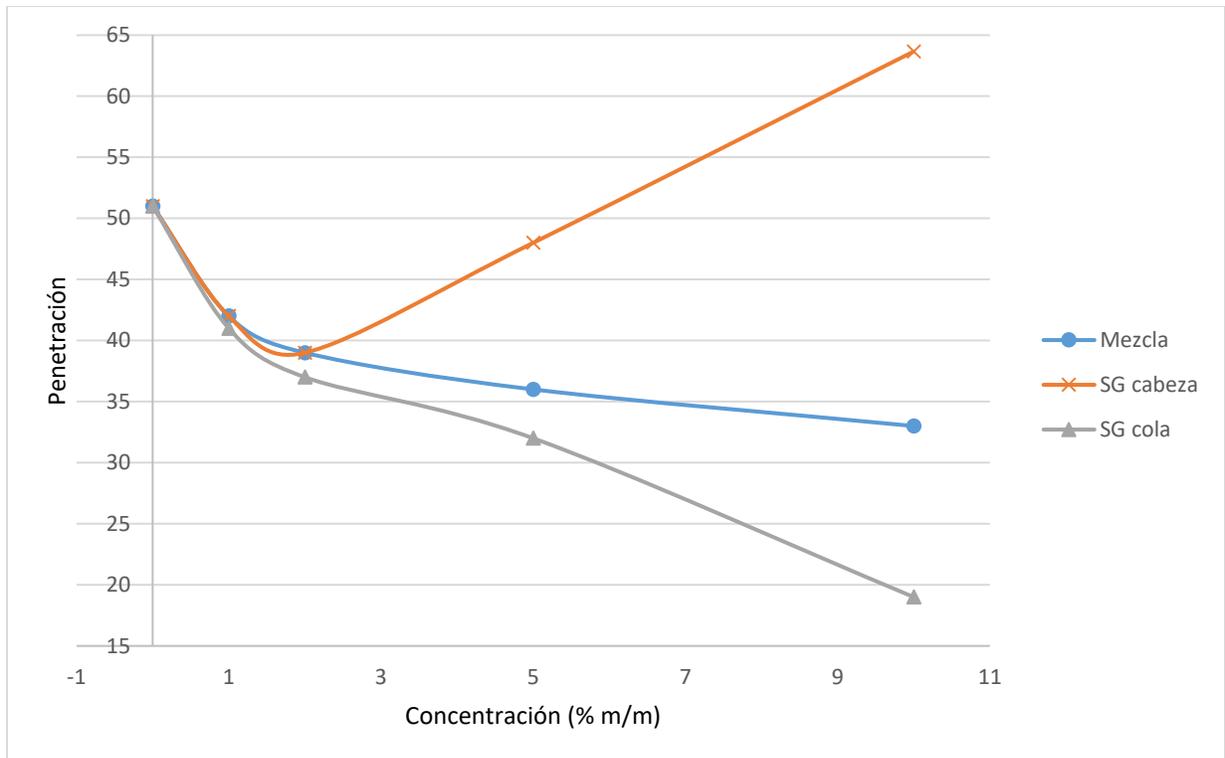


Figura 5.4 Comparación de la penetración de las muestras sin segregar (mezcla) y las cabezas (SG cabeza) y colas (SG cola) de las muestras segregadas vs. concentración de polímero.

Los resultados y las gráficas permiten realizar el siguiente análisis:

- En el caso de 1% m/m y 2% m/m de polímero, el asfalto no segrega ya que los valores de penetración no cambian para las muestras segregadas en la cabeza y cola.
- La segregación se da en las muestras de 5% m/m y 10% m/m de polímero.
- Cuando el asfalto segrega, la penetración aumenta en la muestra de la cabeza y disminuye en la muestra de la cola.
- Con lo anterior se deduce que el polímero segrega hacia abajo: debido a que la parte de abajo es la que tiene mayor resistencia a ser penetrada, se asegura que por causa del calentamiento, el polímero migró hacia esta parte; caso contrario ocurre con la muestra de la cabeza, ya que al perder parte del polímero que contenía, opone menor resistencia a ser penetrada.

Tabla 5.5 Temperatura de ablandamiento de las muestras segregadas.

Muestra (% polímero)	Cabeza (°C)	Cola (°C)
1	54 ± 2	55 ± 2
2	57 ± 2	58 ± 2
5	68 ± 2	75 ± 2
10	81 ± 2	92 ± 2

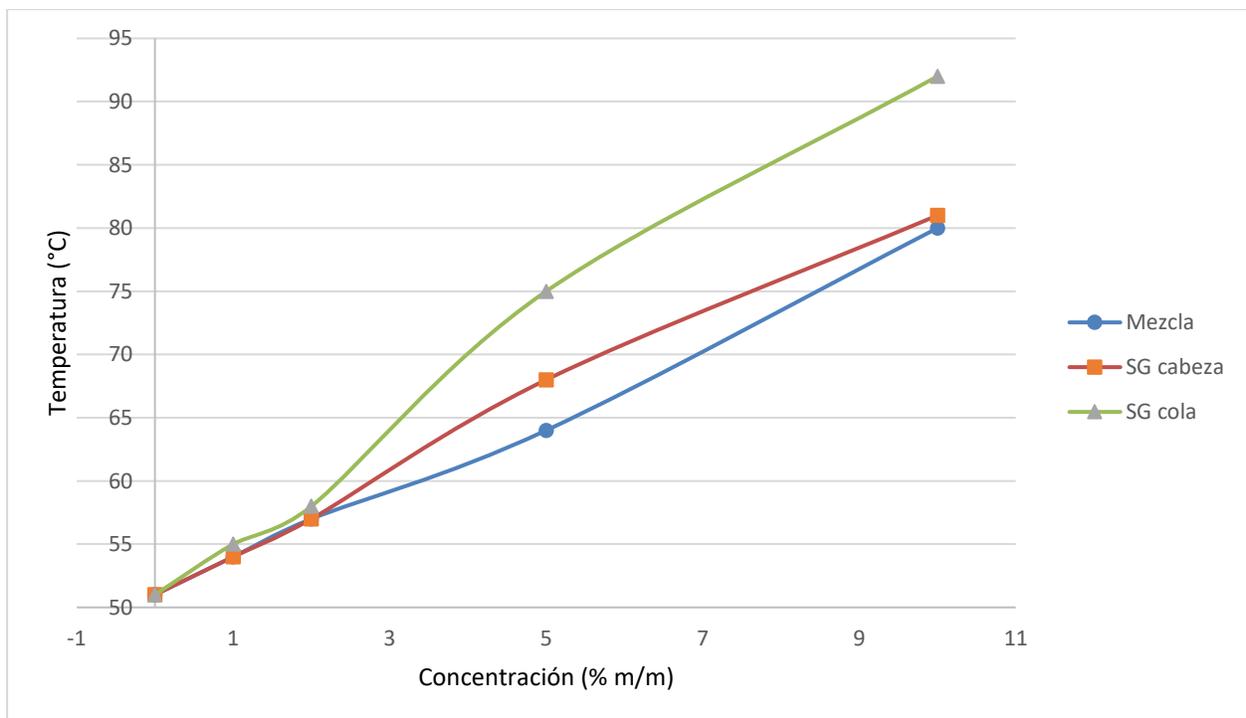


Figura 5.5 Comparación de la temperatura de ablandamiento de las muestras sin segregar (mezcla) y las cabezas (SG cabeza) y colas (SG cola) de las muestras segregadas vs. concentración de polímero.

Los resultados y las gráficas permiten realizar el siguiente análisis:

- En el caso de 1% m/m y 2% m/m de polímero, el asfalto no segrega ya que los valores de temperatura de ablandamiento no cambian para las muestras segregadas en la cabeza y cola.
- La cola tiene una mayor temperatura de ablandamiento, opone mayor resistencia a que el balín la deforme; sucede lo contrario con la muestra de la cabeza, ya que

al perder parte del polímero que contenía, opone menor resistencia a que el balín la deforme, es decir, que la haga fluir.

- Los asfaltos modificados del presente estudio que no presentan separación de fases cuando se almacenan, o son transportados a las temperaturas típicas de procesamiento, intervalo de 130°C a 180°C, bajo condiciones estáticas, son los que tienen 1% m/m y 2% m/m de polímero.
- Los asfaltos modificados del presente estudio que presentan separación de fases y por tanto deben mantenerse bajo agitación constante cuando se almacenan, o son transportados a las temperaturas típicas de procesamiento (30°C a 180°C), son los que tienen 5% m/m y 10% m/m de polímero.

5.5 Medición de la viscosidad.

Se midió la viscosidad para cada muestra de asfalto modificado a diferentes concentraciones de polímero y a su vez a diferentes revoluciones por minuto, con el objetivo de conocer la relación entre ellos. Los valores obtenidos se muestran a continuación en la tabla 5.6.

Tabla 5.6 Medición de la viscosidad.

	0% m/m polímero			
Viscosidad (cP)	138.1	110.4	98.9	93.4
RPM	150	200	230	250
Temperatura (°C)	180	180	180	180
Torque (%)	11.0	12.4	13.3	13.9
S str (d/cm ²)	61	71.4	76.5	79.2
S rate (1/s)	51	68	78.2	85

Tabla 5.6 Medición de la viscosidad (continuación).

	1% m/m polímero				2% m/m polímero			
Viscosidad (cP)	156.7	125.3	112.2	100	165	142.5	138	137
RPM	150	200	230	250	150	200	230	250
Temperatura (°C)	180	180	180	180	180	180	180	180
Torque (%)	11.9	13.4	13.9	14.1	10	11.4	12.7	13.7
S str (d/cm ²)	77.7	92.2	97.4	99.1	83.3	96.9	107.9	116.4
S rate (1/s)	51	68	78.2	85	51	68	78.2	85

Tabla 5.6 Medición de la viscosidad (continuación).

	5% m/m polímero				10% m/m polímero			
Viscosidad (cP)	276.7	272.5	269.6	268	970	915	872.8	830
RPM	150	200	230	250	150	200	230	250
Temperatura (°C)	180	180	180	180	180	180	180	180
Torque (%)	16.6	21.8	24.8	26.8	58.7	73.8	81.1	83.5
S str (d/cm ²)	141.1	185.3	210.8	227.8	487.9	616.2	680.8	702.1
S rate (1/s)	51	68	78.2	85	51	68	78.2	85

Para visualizar mejor los datos anteriores, se muestran las siguientes figuras, en las que se observa el comportamiento de la viscosidad contra la concentración (figura 5.6) y la viscosidad y esfuerzo cortante contra la rapidez de deformación (figuras 5.7 y 5.8).

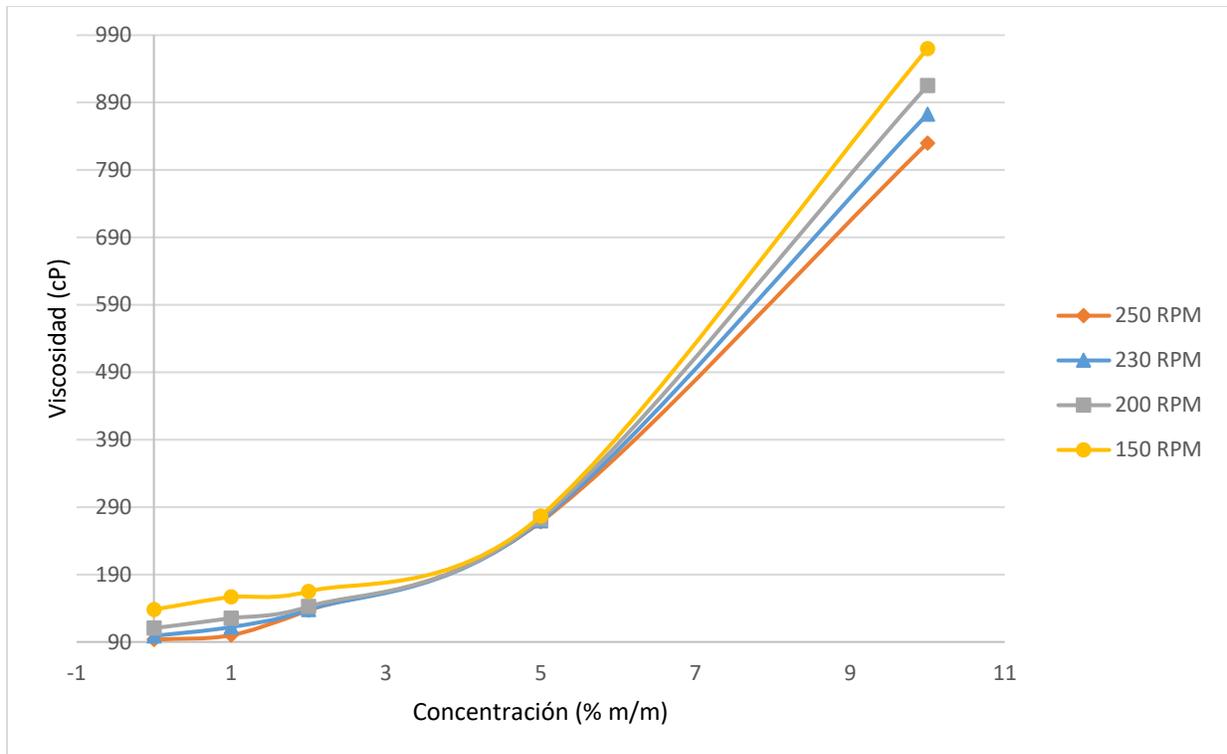


Figura 5.6 Comparación viscosidad vs. concentración de polímero.

Los resultados y las gráficas permiten realizar el siguiente análisis:

- La presencia de polímero afecta el comportamiento viscoso del asfalto, de manera que los asfaltos modificados presentan mayores valores de viscosidad que los valores correspondientes del blanco.
- La viscosidad de las muestras varía a diferentes concentraciones de polímero.
- A mayor concentración de polímero, aumenta la viscosidad de la muestra.
- El mayor cambio en la viscosidad se dio de 5% m/m a 10% m/m de polímero: 720 cP aproximadamente.
- Los incrementos en la proporción de polímero en las mezclas, al pasar de 0% m/m en el blanco a 1% m/m, de 1% m/m a 2% m/m, y de 2% m/m a 5% m/m de polímero, generaron incrementos aproximados de 15, 18 y 130 cP respectivamente.

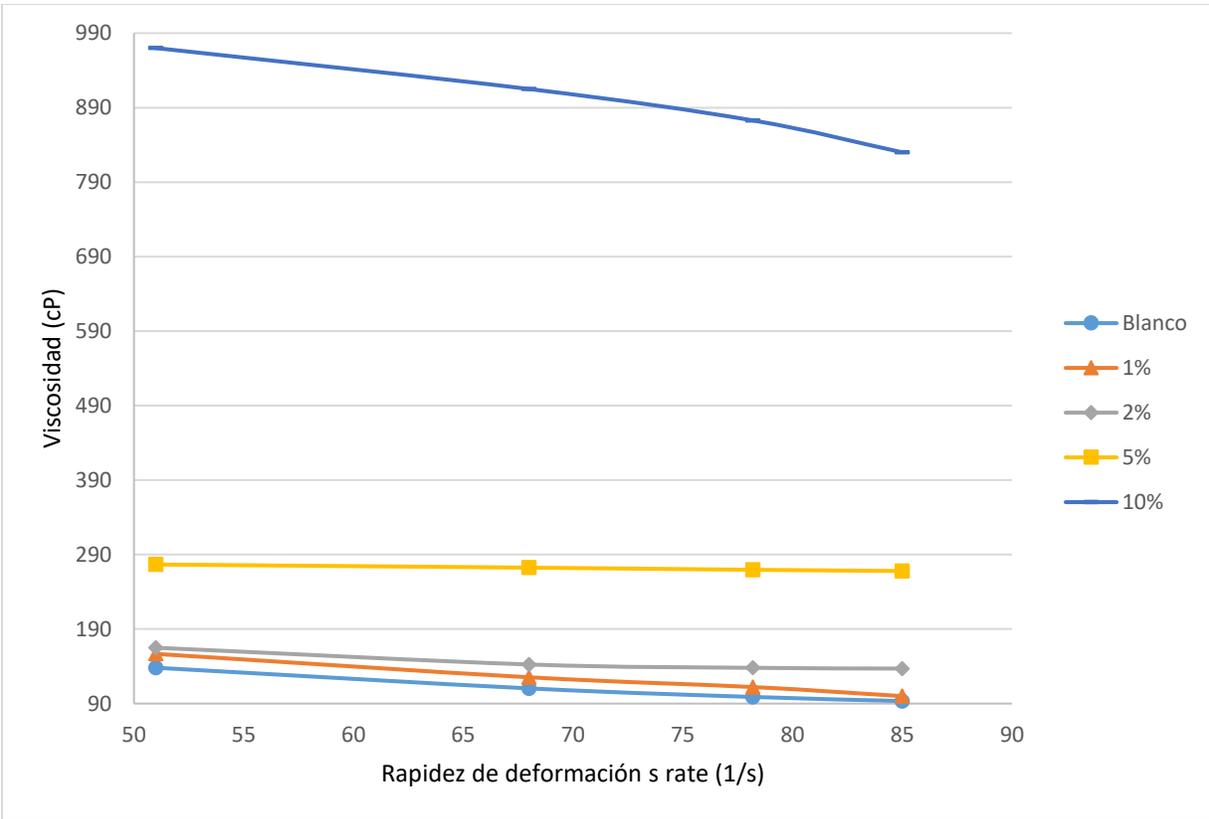


Figura 5.7 Comparación de viscosidad vs. rapidez de deformación de polímero.

De la gráfica anterior se observa que a diferente rapidez de deformación, la viscosidad del fluido se comporta de forma distinta:

- A mayor rapidez de deformación, para el caso de la muestra con 10% m/m de polímero, la viscosidad disminuye. El fluido se comporta como un fluido no newtoniano pseudoplástico, esto es, que no depende del tiempo de aplicación de la fuerza si no de la rapidez de deformación y que es característico de asfaltos modificados con polímero a altas temperaturas.
- Al aumentar la rapidez de deformación, para las muestras de 5%, 2%, 1% m/m y el blanco, la viscosidad se mantiene constante, lo que se traduce como un fluido de tipo newtoniano, característico de los asfaltos convencionales a altas temperaturas.

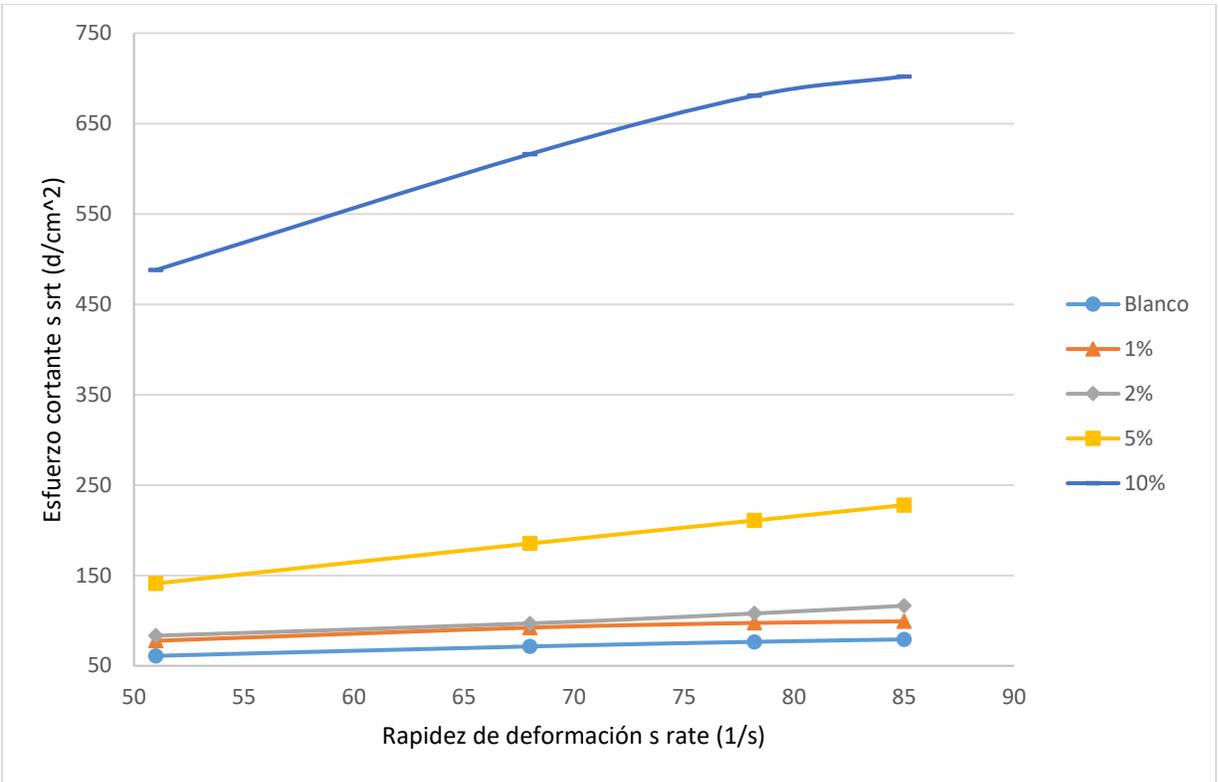


Figura 5.8 Comparación del esfuerzo cortante vs. rapidez de deformación.

De la gráfica anterior se observa que a diferente rapidez de deformación, el esfuerzo cortante del fluido se comporta de forma distinta:

- A mayor rapidez de deformación, para el caso de la muestra con 10% m/m de polímero, el esfuerzo cortante aumenta. El fluido se comporta como un fluido no newtoniano pseudoplástico, esto es, que no depende del tiempo de aplicación de la fuerza si no de la rapidez de deformación y que es característico de asfaltos modificados con polímero a altas temperaturas.
- Al aumentar la rapidez de deformación, para las muestras de 5%, 2%, 1% m/m y el blanco, la viscosidad aumenta de forma proporcional, lo que se traduce como un fluido de tipo newtoniano, característico de los asfaltos convencionales a altas temperaturas.

5.6 Microscopía de fluorescencia.

Al iluminar las muestras de asfalto modificado con una luz ultravioleta, el asfalto absorberá la radiación y la disipará en forma de calor, ofreciendo una imagen oscura, mientras que el polímero del presente estudio absorberá la radiación y la reemitirá en forma de fluorescencia, la imagen se observará blanca. En las imágenes obtenidas de asfalto modificado, se distinguen dos fases: una clara y una oscura, que corresponden a la fase rica en polímero y a la fase rica en asfalto respectivamente.

La proporción del área que ocupan las fases ricas en polímero y ricas en asfalto, dependen de la concentración del polímero en la mezcla: en general, la cantidad de superficie clara es directamente proporcional a la concentración de polímero presente en ella.

Las figuras 5.9 a 5.13 muestran micrografías de fluorescencia representativas del presente trabajo:

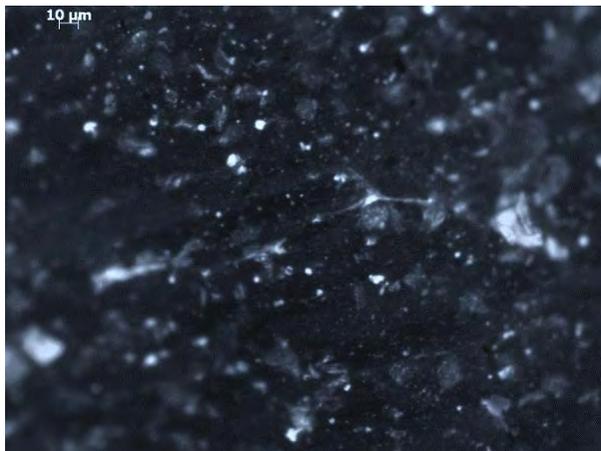


Figura 5.9 Muestra al 5% m/m de polímero (10x).

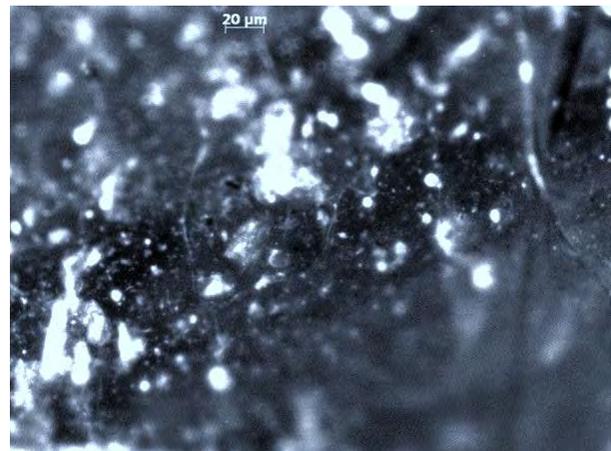


Figura 5.10 Muestra al 5% m/m de polímero (20x).

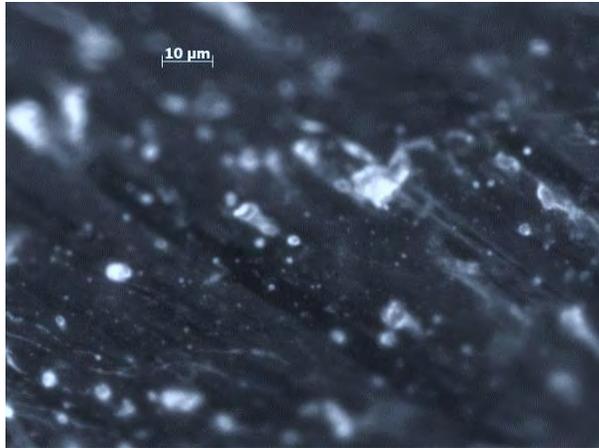


Figura 5.11 Muestra al 5% m/m de polímero (40x).

A partir de las imágenes obtenidas se pueden realizar el siguiente análisis:

Cuando la concentración es menor (muestra de asfalto al 5% m/m de polímero):

- El polímero presenta una morfología con partículas de forma esférica
- Tamaños relativamente pequeños de partícula (10 μm)
- Distribución del polímero de forma aislada y poco uniforme.



Figura 5.12 Muestra al 10% m/m de polímero (10x).

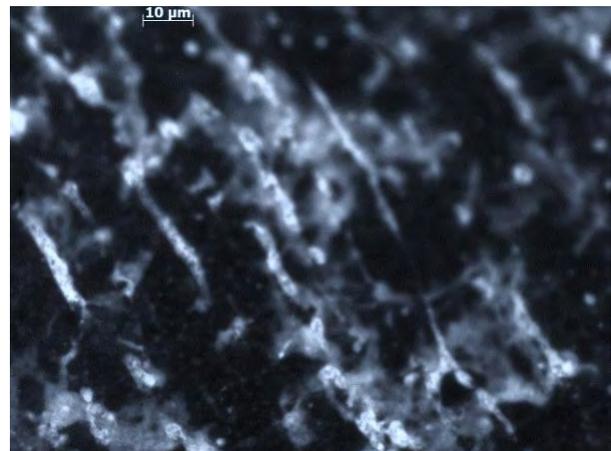


Figura 5.13 Muestra al 10% m/m de polímero (40x).

A partir de las imágenes obtenidas se pueden realizar el siguiente análisis:

Cuando la concentración es mayor (muestra de asfalto al 10% m/m de polímero):

- El polímero presenta en aglomeraciones en forma de líneas intercaladas.
- La distribución de ambas fases es más uniforme.
- La distribución del polímero se debe al hinchamiento del mismo.

En ambos casos el asfalto permanece como la fase continua, ya que se observa la presencia de un velo blanco, sin embargo, comienza a integrarse mejor la red polimérica cuando el polímero se encuentra al 10% m/m, se forman velos más espesos y listones de polímero hinchado.

6. CONCLUSIONES

Habiendo hecho el respectivo análisis de resultados, se han obtenido las siguientes conclusiones:

- A mayor concentración de polímero en el asfalto, menor penetración ya que polímero le da al asfalto mayor resistencia a ser penetrado.
- A mayor concentración de polímero en el asfalto, mayor temperatura de ablandamiento ya que el polímero hace al asfalto oponer mayor resistencia al flujo y el sistema necesita mayor temperatura para ablandar el asfalto para que el balón lo haga caer.
- A mayor concentración de polímero en el asfalto, menor susceptibilidad térmica, esto es, menor sensibilidad a algún cambio provocado por efecto de la temperatura.
- A partir de los datos de temperatura de ablandamiento y penetración de asfaltos modificados con polímeros a diferentes concentraciones de polímero, se puede conocer el índice de penetración y con la recta que resulta de unir estos puntos se puede interpolar para diferentes datos no conocidos.
- La segregación es un factor importante a tomar en cuenta. Los asfaltos modificados con 5% m/m y 10% m/m de polímero presentaron separación de fases al permanecer almacenados sin agitación, es decir, segregaron, por lo que para ser empleados será necesario que sean mantenidos en recipientes agitados, ya sean tanques de almacenamiento o pipas de transporte.
- El asfalto seleccionado como el mejor en el caso de que se usara Solprene 4318 como modificador es el que tiene una concentración de 2% de polímero el cual tiene una penetración de 39, una temperatura de ablandamiento de 57 °C y un índice de penetración de -0.2, lo que clasifica a nuestro asfalto como tipo sol o normal que es el ideal para la construcción y pavimentación.
- La microscopía de fluorescencia indica que a mayor concentración de polímero, la distribución de las fases ricas en asfalto y en polímero será más uniforme, lo que indica que el asfalto se integrará de mejor forma a la red polimérica y que lo anterior se debe al hinchamiento del polímero por efecto de la temperatura.

- Las proporciones de polímero empleadas en el presente estudio fueron seleccionadas a fin de tener un intervalo de concentraciones de polímero relativamente amplio, no obstante, los valores típicos de proporción de polímero para modificar asfalto para carpeta vehicular se encuentran en el intervalo de 2% m/m a 3.5% m/m de polímero, principalmente por razones de costos, por lo que se ratifica que el mejor asfalto modificado de este estudio, para aplicación en carpeta vehicular es el que contiene 2% m/m de polímero termoplástico Solprene 4318.
- Los asfaltos con la proporción de polímero 5% y 10% p/p de polímero pueden tener diferentes aplicaciones, principalmente como impermeabilizantes, debiéndose tener en cuenta lo observado respecto a la agitación.

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] THE ASPHALT INSTITU. "Manual del asfalto". Velázquez Manuel (traductor). Ediciones Urmo, 4ª reimpresión. España 1973.
- [2] Breve historia de los caminos de México. (26 de Septiembre de 2011). *Los caminos de México en el XXIV congreso mundial de carreteras*, 2.
- [3] American Society for Testing and Material (ASTM) *Standard Terminology Relating to Materials and Pavements*. ASTM D 8, 1991.
- [4] Ramírez Vidal Pamela. "Estudio de las propiedades termo-mecánicas temperatura de ablandamiento y penetración de mezclas asfalto-hule de llanta". Tesis UNAM, Facultad de Química, 2015.
- [5]https://www.repsol.com/pe_es/productos_y_servicios/productos/peasfaltos/fisicoquimica/composicion/
- [6] Ruiz Trejo Rodolfo. "Estudio del comportamiento reológico de mezclas maltenos-copolímeros en bloques de estireno-butadieno con microestructura definida". Tesis UNAM, Posgrado Facultad de Química, 2013.
- [7] Standard Test Methods for Separation of Asphalt into Four Fractions. D4124-86. ASTM.
- [8] Standard Test Method for n-Heptane Insolubles. D3279-90. ASTM.
- [9] Apáez Herrera Luis Alberto. "Estudio de las propiedades termo-mecánicas de asfaltos modelo modificados con polímero dibloque del tipo SB". Tesis UNAM, Facultad de Química, 2007.
- [10] <http://www.e-asphalt.com/ingles/SHRP-A-686.pdf>
- [11] http://www.sinicesp.com.br/44rapv/trabalhos/TrabalhoFinal_78.pdf
- [12]http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/1457/2_-_Deformaciones_permanentes_en_mezclas_asf%C3%A1lticas.pdf?sequence=7
- [13] <http://geotexan.com/como-mejorar-el-comportamiento-de-los-pavimentos-asfalticos/>
- [14] Álvarez Acevedo Lidia Piedad, Arcila Carrasco Diego Fernando. "Estado del arte en formulación de mezclas asfálticas". Tesis Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Civil, 209.

- [15] Ebewele, Robert O. *"Polymer Science and Technology"*. Department of Chemical Engineering, University of Benin, Nigeria. CRC, New York
- [16] <https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099.1/4182/AnexoB.pdf?sequence=3&isAllowed=y>
- [17] Speight, James G. *"Asphalt Materials Science and Technology"*. Butterworth-Heinemann, Oxford, 2016.
- [18] <http://www.page-ltd.com/en/pdf/AsfaltKatkiMalzemeleri.pdf>
- [19] ASTM Designation d5. *Standard Test Method for Penetration of Bituminous Materials*. Philadelphia: Annual Book of ASTM Standards, 1986.
- [20] ASTM Designation D36. *Standard Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring-and-Ball Apparatus)*. Philadelphia: Annual Book of ASTM Standards, 1986.
- [21] http://www.carreteros.org/normativa/otros/nlt/pdfs/azules/1963/181_63_63.pdf
- [22] García Guzmán Gustavo. "Caracterización de asfaltos modificados con copolímeros tipo SB y SBS puros parcialmente hidrogenados mediante índice de penetración y morfología". Tesis UNAM, Facultad de Química, 2007.
- [23] Cóatl Lorenzo Alejandra. "Estudio de las propiedades termo-mecánicas de mezclas asfalto-hule de llanta". Tesis UNAM, Facultad de Química, 2013.
- [24] IRAM 6835. Determinación de la viscosidad mediante un viscosímetro rotacional con cámara termostatzada, de tipo Brookfield Thermosel o de características similares.
- [25] Peña Ávila Ariel Mauricio Antonio "Estudio de las propiedades termo-mecánicas temperatura de ablandamiento y penetración de asfaltos con diferente relación asfalteno-malteno". Tesis UNAM, Facultad de Química, 2015.
- [26] Olivos Peralta Eliot Uriel. "Estudio de asfalto modificado con polímero tipo SBS y micro esfera de óxido de silicio". Tesis UNAM, Facultad de Química, 2013.
- [27] Rodríguez Rivas Eidi. "Estudio de las propiedades termo-mecánicas de asfaltos modelo, modificados con copolímero SBS". Tesis UNAM, Facultad de Química, 2007.
- [28] Régules Reyes Alejandra. "Efecto de la composición del asfalto sobre las propiedades termomecánicas de asfalto modificado con SBS". Tesis, Facultad de Química, 2008.
- [29] Read J, Whiteoak D. *The Shell Bitumen Handbook*. 5th Ed. London: Thomas Telford Publishing; 2003.

8. ANEXOS

Anexo I. Hoja técnica del polímero Solprene 4318.

Solprene[®] 4318

DESCRIPCIÓN:

Solprene 4318 es un copolímero termoplástico con bloques de estireno-butadieno, lineal, con un contenido de estireno total de 32%, del cual en su mayoría se encuentra presente formando un bloque de poliestireno.

Tiene un sistema de antioxidantes no manchantes, aprobado por la FDA para uso en aplicaciones en contacto con alimentos. Es un polímero de alta pureza, esencialmente libre de gel y con un color muy claro.

Solprene 4318 es usado como componente en compuestos para adhesivos. El producto es un excelente modificador usado en aplicaciones asfálticas, incluyendo membranas autoadhesivas para cubiertas y sellantes. También se utiliza en formulaciones para la inyección de suelas de calzado.

Este producto se presenta en forma de miga porosa facilitando su manipulación y disolución.

DATOS TÉCNICOS:

<i>Propiedades del Polímero</i>	<i>Valor Típico</i>	<i>Método Ensayo</i>
Viscosidad en tolueno 5,23%, cSt	7	NM-300-11
Materia volátil, % máx	0,75	ASTM D-5668
Estireno total (sobre polímero), %	32	ASTM D-5775
Estireno bloque, % mín	31	NM 202-07
Índice de fluidez, g/10'	8	ASTM D-1238
Dureza, °Shore A	69	ASTM D-2240
Carga de rotura, MPa	3,7	ASTM D-412
Módulo 300%, MPa	1,2	ASTM D-412
Alargamiento, %	>1000	ASTM D-412

www.dynasolelastomers.com

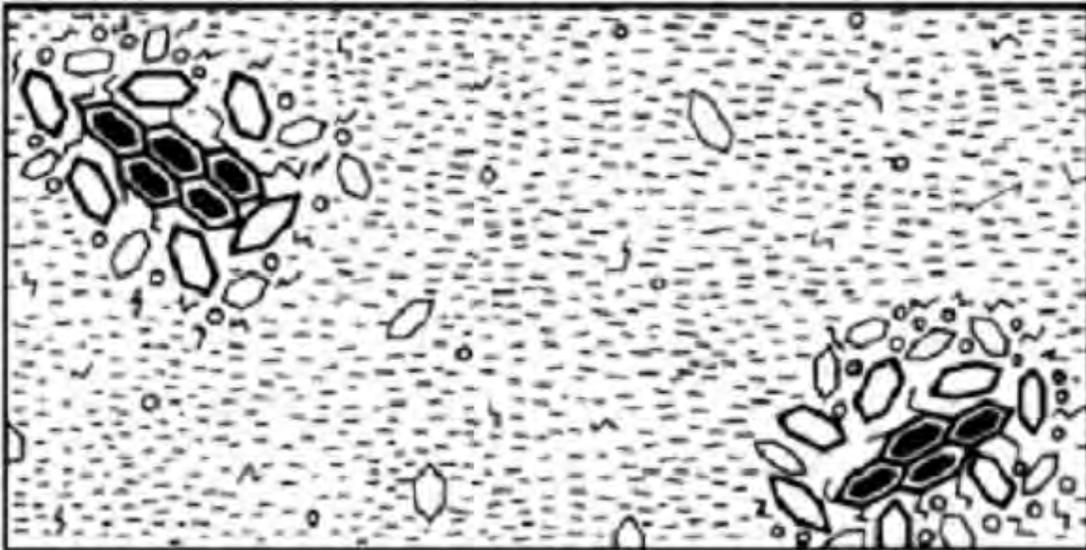
Febrero, 2004

La información contenida en este documento es propiedad del grupo Dynasol, no debiendo ser compartida ni tratada con terceros sin el consentimiento escrito de la Empresa.

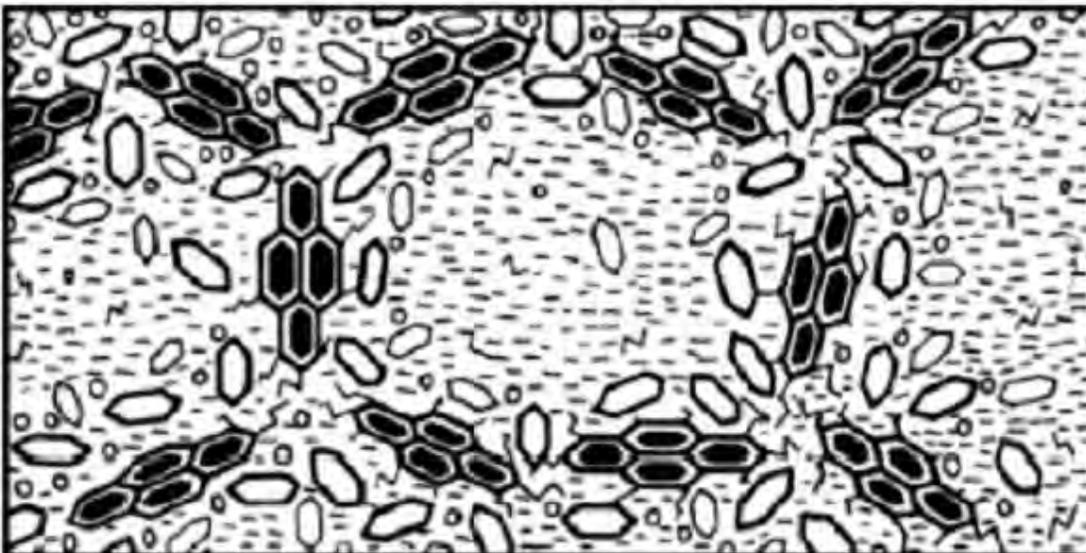
The logo for Dynasol, featuring a stylized blue and red square icon to the left of the word "Dynasol" in a bold, italicized blue font.

Anexo II. Modelo micelar original: asfalto tipo sol y tipo gel. [29]

A Asfalto tipo sol



B Asfalto tipo gel



- | | |
|---|---|
|  Asfaltenos |  Hidrocarburos aromáticos y nafténicos |
|  Hidrocarburos aromáticos de alto peso molecular |  Hidrocarburos alifáticos nafténicos |
|  Hidrocarburos aromáticos de bajo peso molecular |  Hidrocarburos saturados |

Anexo III. Estándares ASTM D 5-86 y D 36-86 (reaprobados en 1989) traducidas.[25]

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

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

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

1. Alcance

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

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

2. Documentos de Referencia

2.1. Estándares ASTM:

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

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

E1 Especificación para Termómetros ASTM⁴.

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

2.2. Estándares ANSI:

B46.1 Textura Superficial.

2.3. Estándares IP:

Estándar para Termómetros IP.

3. Definición

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

4. Resumen del Método

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

5. Importancia y Aplicaciones

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

6. Equipo

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

6.2. *Aguja de penetración:*

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



Figura 0.1. Aguja de Penetración

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

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

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

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

Para penetraciones debajo de 200 [dmm]:	
Diámetro [mm]	55
Profundidad interna [mm]	33
Para penetraciones entre 200 y 350 [dmm]:	
Diámetro [mm]	70
Profundidad interna [mm]	45

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

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

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

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

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

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

Los termómetros deberán de cumplir los requerimientos de Especificación E1.

6.7.1. Los termómetros adecuados más usados son:

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

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

7. Preparación de la Muestra

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

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

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

8. Condiciones Experimentales

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

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

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

9. Procedimiento

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Penetración de carga menor a 100 g

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

Tabla 0.1. Criterios de Precisión

Material	Desviación Estándar o Coeficiente de Variación (IS) o (IS %)	Rango Aceptable para Dos Resultados Experimentales (D2S) o (D2S %)
Precisión. Operador individual:		
Asfaltos a 77 °F (25 °C), debajo de 50, unidades.	0.35	1
Asfaltos a 77 °F (25 °C), penetración de 50 y superior, porcentaje promedio.	1.1	3
Alquitrán a 77 °F (25 °C) ^A , porcentaje promedio.	3.2	13
Precisión. Operadores múltiples:		
Asfaltos a 77 °F (25 °C), debajo de 50, unidades.	1.4	4
Asfaltos a 77 °F (25 °C), penetración de 50 y superior, porcentaje promedio.	2.8	8
Alquitrán a 77 °F (25 °C) ^A , unidades.	1.4	4

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

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

10. Reporte

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

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

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

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

11. Precisión y Consideraciones (Nota 38)

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

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

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

La actual edición fue aprobada en Abril 25, 1986. Publicada en Mayo, 1986. Originalmente publicada como D5-39T. Última edición previa D5-83.

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

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

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

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

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

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

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

MATERIALES BITUMUNOSOS

Relacionado en General a Materiales Bituminosos.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Relacionado Específicamente a Petróleo o Asfaltos

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

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

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

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

3 Esta terminología está bajo la jurisdicción del Comité ASTM D-4 de Materiales de Construcción para Techado, Impermeabilización y Materiales Bituminosos, y es responsabilidad directa del Subcomité D04.91 en Editorial y Definiciones.
La actual edición fue aprobada en Febrero 19, 1991. Publicada en Abril, 1991. Originalmente publicada como D8-12. Última edición previa D8-89.

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

5. Equipo

- 5.1. *Anillos*. Dos anillos de latón con las dimensiones mostradas en la Figura 0.2 (a).
- 5.2. *Placa para Verter*. Una placa de latón plana y lisa aproximadamente de 50 por 75 mm (2 por 3 in).
- 5.3. *Balines*. Dos balines de acero, 9.5 mm (3/8 in) de diámetro, cada uno con una masa de 3.50 ± 0.05 g.
- 5.4. *Anillo Centrador Guía*. Dos anillos centradores de latón para centrar los balines de acero, uno para cada anillo, con la forma y las dimensiones mostradas en la Figura 0.2 (b).
- 5.5. *Baño*. Un vaso de cristal, capaz de ser calentado, no menor a 85 mm de diámetro interior y no menor a 120 mm de profundidad desde el fondo a la superficie del líquido.

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

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

5.7 Termómetros:

- 5.7.1. Un Termómetro ASTM para Bajas Temperaturas de Ablandamiento, cuyo rango es de -2 a $+80$ °C (30 a 180 °F), conforme a los requerimientos del Termómetro 15C ó 15F de la Especificación E1.
- 5.7.2. Un Termómetro ASTM para Altas Temperaturas de Ablandamiento, cuyo rango es de 30 a 200 °C (85 a 392 °F), conforme a los requerimientos del Termómetro 16C ó 16 F de la Especificación E1.
- 5.7.3. Un Termómetro ASTM para Temperatura de Ablandamiento de Materiales Bituminosos, cuyo rango es de -1 a $+175$ °C (30 a 350 °F), conforme a los requerimientos del Termómetro 113C ó 113F de la Especificación E1.
- 5.7.4. El termómetro apropiado deberá estar montado como se muestra en la Figura 0.2. (d) por lo tanto el fondo del bulbo estará al nivel del fondo de los anillos y a 13 mm (0.5 in) entre ellos, sin tocar el soporte del anillo.

6. Reactivos y Materiales

6.1. Líquidos para Baño:

6.1.1. Agua Destilada Recién Hervida.

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

6.1.2. Glicerina USP (United States Pharmacopeia), o

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

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

Nota 42. PRECAUCIÓN: El etilenglicol es tóxico al ser ingerido o al ser inhalado en su forma de vapor. Evitar el contacto con la piel y la inhalación de vapores. Su punto de inflamación es de 113 °C (239 °F) de acuerdo al Método D92. En caso de usar este baño líquido, efectuar la prueba en una campana de laboratorio ventilada con una capacidad de escape que asegure la remoción de los vapores tóxicos.

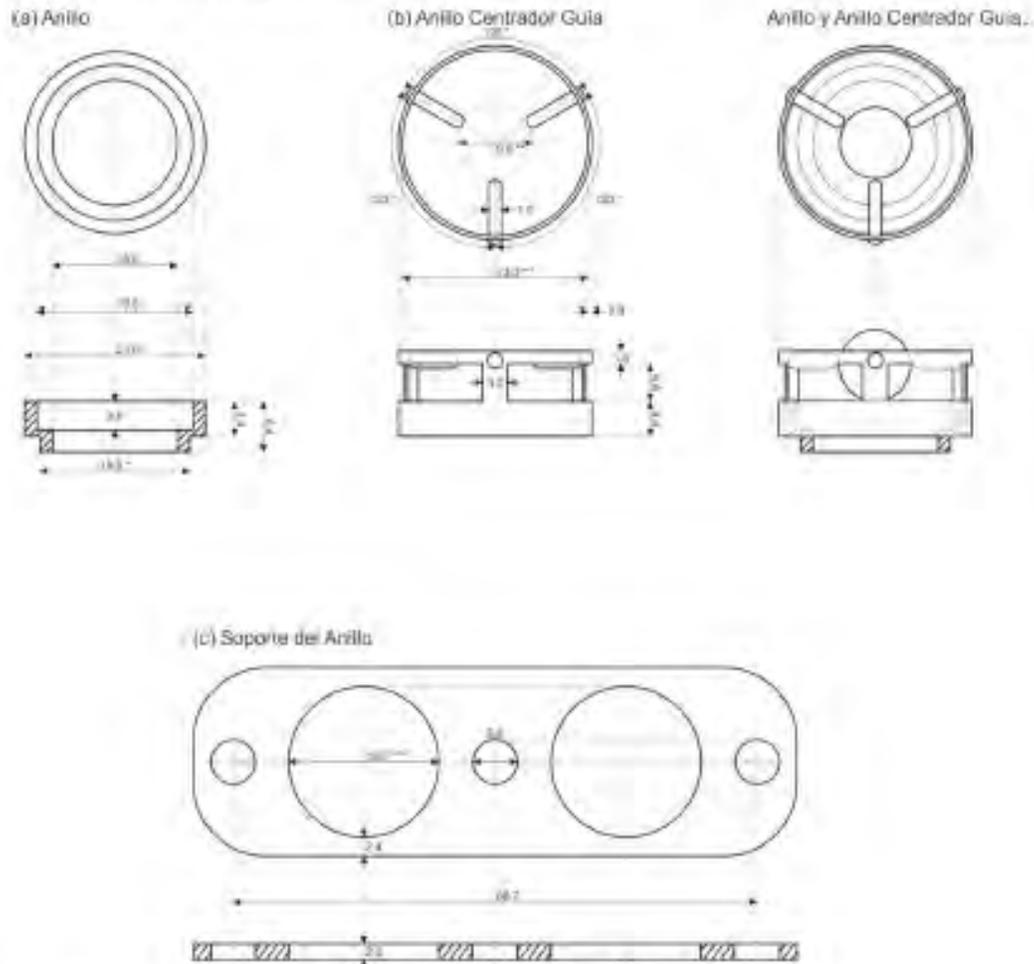


Figura 0.2. (a) Anillo, (b) Anillo Centrador Guía y (c) Soporte del Anillo

Nota. Todas las dimensiones están en milímetros.

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

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

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

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

6.2. Agentes de Remoción:

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

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

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

7. Muestreo

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



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

8. Especímenes de Prueba

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

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

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

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

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

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

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

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

9. Procedimiento

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

10. Cálculo

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

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

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

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

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

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

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

Asfalto:

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

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

Alquitrán:

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

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

*Corrección de la editorial.

11. Reporte

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

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

11.3. Reportar el baño líquido usado en el experimento.

12. Precisión

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

11 Estos números representan, respectivamente, los límites (15) y (D25) descritos en el Estándar de Prácticas C670.

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

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