

Reunión de los Comités Técnicos de la A.I.P.C.R.
Comité de Materiales

Estudios sobre nuevos Métodos de Ensayo para la Caracterización de Betunes

Por D. Jesús Sánchez Caba
Jefe de Productos
REPSOL-PETROLEOS

TABLA I
ESPECIFICACIONES DE BETUNES DE PETROLEO

CARACTERISTICAS	UNIDAD	NORMA DE ENSAYO NLT	EJEMPLO B 60/70	
			Min.	Máx.
<i>Betún original</i>				
Penetración (25.° C, 100 g, 5 s)	0,1 mm	124/84	60	70
Índice de penetración		181/84	-1	+1
*Punto de reblandecimiento (A y B)	°C	125/84	48	57
Punto de fragilidad Fraas	°C	182/84		-8
Ductilidad (5 cm/min) a 25.° C	cm	126/84	90	
Solubilidad en 1-1-1 triclороetano	%	130/84	99,5	
Contenido de agua (en volumen)	%	123/84		0,2
Punto de inflamación V/A	°C	127/84	235	
*Densidad relativa, 25.° C/25.° C		122/84	1,00	
<i>Ensayos sobre el residuo de película fina</i>				
Variación de masa	%	184/84		0,8
Penetración (25.° C, 100 g, 5 s)	% Pen. Orig.	124/84	50	
*Aumento del punto de reblandecimiento (A y B)	°C	125/84		9
Ductilidad (5 cm/min) a 25.° C	cm	126/84	50	

(*) Valores orientativos

1. Antecedentes

EN 1984 un grupo de trabajo integrado por representantes de la Administración española, de empresas productoras de betunes y de las empresas constructoras, elaboró las nuevas especificaciones para los betunes de penetración para carreteras (ver *Tabla I*).

En estas especificaciones se introdujeron como valores orientativos las siguientes características:

- Punto de reblandecimiento, anillo y bola, °C.
- Densidad relativa a 25/25 °C.
- Punto de reblandecimiento A y B del residuo del ensayo de calentamiento en película fina.

Los objetivos que se persiguen al-

TABLA II
BETUN 60/70

	P 25.° C 65 TAB °C 50 IP -0,6			
<i>Repetibilidad</i> P 25.° C; 3% media TAB; 1.° C	63	65	67	
	50 ± 1			
P 25.° C	63	63	67	67
TAB	49	51	49	51
IP	-0,89	-0,37	-0,21	-0,73
<i>Reproducibilidad</i> P 25.° C; 8% media TAB; 2.° C	60	65	70	
	50 ± 2			
P 25.° C	60	60	70	70
TAB; °C	48	52	48	52
IP	-1,3	-0,25	+0,16	-0,89
<i>Especificación actual</i> P 25.° C	60		70	
IP	-1	+1	-1	+1
TAB (calculadora)	49	57,5	47,5	55,5
Margen total	47,4/57,5			
<i>Margen que se propone</i> P 25.° C	60		70	
TAB	48/57			



ESTADÍSTICA DE LOS VALORES DE PENETRACION (100 gr, 25.° C, 5 s), PUNTO DE REBLANDECIMIENTO A Y B

TABLA III		Penetración 0,1 mm	Punto reblan. °C	Valor de especific.
Betún 40/50 (119 muestras)	Valor mínimo	40	51,0	52
	Valor máximo	50	57,0	61
	Moda	42	54,0	—
	Media	43	54,0	—
	Desv. típica	2,35	1,23	—
Betún 60/70 (393 muestras)	Valor mínimo	60	47,0	48
	Valor máximo	70	52,0	57
	Moda	65	49,0	—
	Media	64	49,5	—
	Desv. típica	3,02	0,87	—
Betún 80/100 (124 muestras)	Valor mínimo	80	44,5	45
	Valor máximo	100	48,5	53
	Moda	83	46,0	—
	Media	86	46,5	—
	Desv. típica	4,66	0,84	—
Betún 150/200 (432 muestras)	Valor mínimo	150	38,0	38
	Valor máximo	200	44,0	45
	Moda	168	40,0	—
	Media	171	40,5	—
	Desv. típica	11,57	0,93	—
Betún 200/300 (8 muestras)	Valor mínimo	200	36,0	34
	Valor máximo	259	39,0	41
	Moda (*)	—	—	—
	Media	229	38,0	—
	Desv. típica	23,22	1,06	—

(*) No se indican los valores de la moda por no considerarlos significativos dada la escasa población de la tabla.

“**D**ados los problemas de repetibilidad y reproducibilidad encontrados en el valor del Índice de Penetración (Tabla II) se intenta caracterizar la susceptibilidad térmica de cada tipo de betún.”

canzar con dichas inclusiones son los siguientes:

2. Punto de reblandecimiento del betún original

Dados los problemas de repetibilidad y reproducibilidad encontrados en el valor del Índice de Penetración (Tabla II) se intenta caracterizar la susceptibilidad térmica de cada tipo de betún por la determinación de su penetración y su temperatura de anillo y bola.

3. Densidad relativa a 25/25 °C

Dado que este dato es necesario para los cálculos de huecos en las mezclas bituminosas se considera conveniente conocer sus valores para los betunes que se producen actualmente (Tabla III). Se observa que todos los valores encontrados cumplen el valor propuesto.

4. Aumento de la temperatura de anillo y bola después del ensayo de envejecimiento

La inclusión de esta característica en el residuo de pérdida por calentamiento tiene por objeto limitar un excesivo endurecimiento del ligante durante el proceso de puesta en obra. Los límites máximos están previstos para que considerando la penetración conservada no se alcancen valores de IP muy elevados. Estos límites se cumplen para todos los betunes estudiados.

Envejecimiento

Se pretende correlacionar los métodos de ensayo: “Efecto del calor y del aire sobre materiales bituminosos en película fina”, NLT-185



Trabajos de reciclado

(ASTM D 1754 Effect of heat and air in asphaltic materials: thin-film oven test) y thermal stressing in a rotating flask, DIN 52016.

Ambos métodos son considerados como representativos del envejecimiento producido durante la fabricación y puesta en obra de las mezclas bituminosas en caliente.

Del ensayo NLT-185 (ASTM-D-1754) se dispone de amplia experiencia por estar incluido en nues-

tras especificaciones actuales. El método DIN 52016 ofrece a priori las ventajas de su menor duración y mayor versatilidad, ya que permite trabajar en atmósfera inerte y con O₂, pudiendo diferenciar el envejecimiento debido al calor y a la oxidación.

Se están efectuando ensayos comparativos por 8 laboratorios. Los resultados hasta ahora obtenidos indican una buena correlación entre

ambos métodos.

Se ha estudiado en algún caso la evolución de la composición química de los betunes envejecidos por ambos métodos, siguiendo el procedimiento de Rostler (Tabla 5).

Betunes modificados con polímeros

Las propiedades de los betunes

TABLA IV ESPECIFICACION

Fecha: Febrero 1989	(Valores orientativ.)	R 1	R 2	R 3	R 4	R 5
40/50						
Densidad 25.° C/25.° C	1,00 Mín.	1,026-1,067	1,041	1,034-1,036		1,034-1,038
Aumento P. reblandec. (A y B) (A/D T fot)	8 Máx.	6,5	7,1	7,7		6
60/70						
Densidad 25.° C/25.° C	1,00 Mín.	1,019-1,067	1,035	1,029-1,033	1,03	1,031-1,038
Aumento P. reblandec. (A y B) (A/D T fot)	9 Máx.	7,8	7,3	7,5	7	8
80/100						
Densidad 25.° C/25.° C	1,00 Mín.	1,016-1,062	1,029	1,019-1,028	1,03	1,032-1,037
Aumento P. reblandec. (A y B) (A/D T fot)	10 Máx.	7,4	-	6,3	7	8
150/200						
Densidad 25.° C/25.° C	1,00 Mín.	1,010-1,060	1,020	1,019-1,021	1,02	1,028-1,031
Aumento P. reblandec. (A y B) (A/D T fot)	11 Máx.	7,9	7,9	8,3	7	7
200/300						
Densidad 25.° C/25.° C	0,99 Mín.	1,013-1,041	-	-	-	-
Aumento P. reblandec. (A y B) (A/D T fot)	12 Máx.	-	-	-	-	-

TABLA V

Penetración, 25.° C	Betún		Película fina		Rotavapor	
	Original	Penetración:	Final	Conservada %	Final	Conservada %
Laboratorio A	62		39	63	37	60
Laboratorio B	69		48	70	47	68
Laboratorio C	70		44	63	44	63
Laboratorio D	60		41	68	43	72
MEDIA	65		43	66	43	66
		P. reblandec.:	Final	Aumento	Final	Aumento
Laboratorio A	49		52	+3	54	+5
Laboratorio B	47		51	+4	51	+4
Laboratorio C	48,5		53,5	+5	52,5	+4
Laboratorio D	48		52,5	+4,5	51,5	+3,5
MEDIA	48,1		52,2	4,1	52,2	4,1

modificados dependen del tipo de betún base empleado, tipo de polímero y cantidad de éste, así como del proceso empleado en la fabricación de la mezcla.

“La medida de la viscosidad a varias temperaturas, junto con los ensayos de consistencia, dan información suficiente sobre la mejora alcanzada en cuanto a susceptibilidad térmica.”

TABLA VI

P, 25.° C original	68	
TAB, °C original	48,5	
<i>Composición química método Rostler:</i>		
Asfaltenos, % peso	22,58	
1.ª acidafinas, % peso	13,56	
2.ª Acidafinas, % peso	31,26	
Saturados, % peso	14,71	
Polares, % peso	17,89	
<i>Oxidación:</i>		
Penetración	Tjot	Rotavapor
TAB, °C	45	43
	53,5	53
<i>Análisis S/Rostler:</i>		
Asfaltenos, % peso	23,29	23,78
1.ª Acidafinas, % peso	15,82	16,03
2.ª Acidafinas, % peso	30,85	30,55
Saturados	15,48	14,91
Polares	14,56	14,73

Los métodos convencionales empleados para caracterizar los betunes asfálticos son insuficientes para evaluar los betunes modificados

con polímeros. El significado de los resultados tradicionales es limitado y se necesitan otros ensayos que determinen propiedades tales como estabilidad al almacenamiento, recuperación elástica, etc.

– Los ensayos tradicionales de consistencia tales como Fragilidad Fraas, TAB, penetración y ductilidad seguirán siendo útiles para definir el intervalo de plasticidad y el índice de penetración.

– La medida de la viscosidad a varias temperaturas, junto con los ensayos de consistencia, dan información suficiente sobre la mejora alcanzada en cuanto a susceptibilidad térmica.

– Para evaluar la Tensile Strength la mejor técnica es la ASTM-D-412, pero aunque proporciona una buena información no puede considerarse como un método de control (Instrom).

– El método de Toughness and tenacity (método Benson) tiene mala reproducibilidad.

– El Dropping Ball está muy relacionado con la viscosidad del betún modificado y la Tensile Strength pero tampoco es muy reproducible.

– La recuperación elástica median-



Lámina obtenida a partir de Betún Modificado con Polímero

te ductilómetro es sencilla y se recomienda para la inclusión en especificaciones.

- El método Torsional Recovery. Es fácil de realizar pero menos reproducible que el ductilómetro por falta de un control riguroso de la temperatura y de la aplicación de un esfuerzo constante.

- El sliding plate rheometer es fácil de realizar, pero algo más caro que otros.

- Dekker elastic recovery es simple y barato.

- Puede realizarse de varias formas v.g. midiendo la Tensile Strength a varias temperaturas.

- Compatibilidad. Es muy importante en el caso de los betunes para carreteras.

Método Zenke: 5 días, 160.º C y enfriamiento brusco a -18.º C.

- Flujo: 75.º, 60.º C, 5 horas (ASTM-D-1191).

- Low Temperatura plegabilidad (Cold bending T.º). Probetas de 150 mm x 25 mm x 5 mm y radio de 20 mm, doblando en 3 segundos y bajando la temperatura de 5 en 5.º C.

Ensayos convencionales

- Penetración
- Punto de reblandecimiento
- Fragilidad Fraas
- Ductilidad
- Susceptibilidad térmica (Vdad/T.º)
- Envejecimiento
 - T_{fot}
 - R_{tfot}
 - Wheatherometer

Ensayos modernos

- Tensile Strength
 - Tensile Strength
 - Force ductility
 - Toughness and tenacity
 - Dropping ball



Penetración

- Elastic recovery
 - Elastic recovery by ductilometer
 - Torsional recovery
 - Sliding plate rheometer
 - Dekker elastic recover
- Dispersión: microscopia de fluorescencia por reflexión
- Compatibility

Especificaciones sobre betunes modificados

Bélgica:

- P 25
- TAB
- Fraas
- V 135.º C
- D 25/25.º C

- Ductilidad a 5.º C
- Recuperación elástica (California Test 332)

USA: (Recomendes spec. for polymer modified A.C.)

- V 60 y 135.º C
- Penetración
- P. Inflamación
- Solubilidad
- T_{fot} (relación de V. a 60.º C)
- Tensile Strength (ASTM D 412 método A)
- Recuperación elástica con ductilómetro

SUIZA: (Tentativa)

- EVT (T.º equiviscosidad)
- V 60 y 130.º C
- Fraas
- Homogeneidad y estabilidad al almacenamiento
- Solicitación térmica, rotavapor DIN 52/06
- Adhesividad (EMPA y VIALIT)
- Recuperación elástica (visc. placas desliz.)
- Módulo de deslizamiento
- Flujo dinámico (esfuerzosinoidal)
- Flujo dinámico con impulsos regulares
- Penetración

