

LIBRO: MMP. MÉTODOS DE MUESTREO Y PRUEBA DE MATERIALES

PARTE: 4. PAVIMENTOS

TÍTULO: 05. Materiales Asfálticos, Aditivos y Mezclas

CAPÍTULO: 048. Contenido de Cemento o Residuo Asfáltico en Mezclas Asfálticas mediante la Recirculación de Disolventes en Caliente

A. CONTENIDO

Este Manual describe el procedimiento de prueba para determinar el contenido de cemento o residuo asfáltico mediante la recirculación de disolventes en caliente en mezclas asfálticas en caliente a que se refiere la Norma N-CMT-4-05-003, *Calidad de Mezclas Asfálticas para Carreteras*, en muestras tomadas conforme al Manual M-MMP-4-05-032, *Muestreo de Mezclas Asfálticas*.

B. OBJETIVO DE LA PRUEBA

Esta prueba permite determinar el contenido de cemento o residuo asfáltico en mezclas en caliente, ya sean recién producidas o que formen parte de una capa construida con anterioridad. La prueba consiste en someter una porción de la muestra de la mezcla asfáltica a un proceso de lavado dentro de un aparato de extracción de características definidas, en donde se coloca un disolvente que al calentarse se evapora, condensándose en la tapa del aparato y precipitando en forma de gotas sobre la porción de la muestra de mezcla asfáltica, lavando gradualmente el cemento o residuo asfáltico del material pétreo conforme se repite este ciclo hasta lograr su separación total, con el fin de cuantificar cada uno de estos dos materiales.

C. REFERENCIAS

Son referencia de este Manual, la Norma N-CMT-4-05-003, *Calidad de Mezclas Asfálticas para Carreteras* y el Manual M-MMP-4-05-032, *Muestreo de Mezclas Asfálticas*.

D. EQUIPO Y MATERIALES

El equipo para la ejecución de la prueba estará en condiciones de operación, calibrado, limpio y completo en todas sus partes. Todos los materiales por emplear serán de alta calidad, considerando siempre su fecha de caducidad.

D.1. APARATO DE EXTRACCIÓN

Como el mostrado en la Figura 1 de este Manual, compuesto de:

- Un recipiente de vidrio plano, resistente al calor, de forma cilíndrica.
- Dos conos de malla metálica de acero inoxidable, con capacidad de alojar en total al menos 1 kg de mezcla asfáltica.
- Dos soportes circulares de metal que se ensamblan uno sobre el otro de forma vertical. En cada soporte se monta uno de los conos de malla metálica antes descritos, los cuales se revestirán en su interior con el papel filtro conforme a lo establecido en la Fracción F.1. de este Manual. Las patas del soporte inferior serán de longitud suficiente para apoyarlo firmemente en el fondo del frasco de vidrio y permitir que el vértice inferior del cono de metal y la hoja de papel filtro que reviste su interior se mantengan por encima del nivel de

disolvente, mientras que las patas del soporte superior serán de longitud suficiente que permitan apoyar el cono de malla metálica y la hoja de papel filtro que reviste su interior hasta el borde superior del soporte inferior o sobre de éste. En el interior de la parte superior de cada soporte podrá disponerse de un asa de sujeción para facilitar su manejo. El metal usado en la fabricación de los soportes será no reactivo a los disolventes utilizados en la prueba.

- Un condensador que a la vez funcione como tapa del recipiente. Por lo general presenta una superficie de condensación semiesférica en su parte inferior y una superficie cónica truncada en su parte superior; sin embargo, también se pueden emplear condensadores cuyas superficies presenten otras formas geométricas siempre que cumplan las funciones previstas de condensación y de flujo. Estará fabricado con materiales no reactivos al agua y al disolvente utilizado, y provisto de una adecuada entrada y salida del agua que servirá de refrigerante mediante su flujo constante.

D.2. BALANZA

Con capacidad de 5 kg y aproximación de 0,1 g.

D.3. PARRILLA ELÉCTRICA

Equipada con regulador de temperatura, con las dimensiones adecuadas para utilizarlo con el aparato de extracción y capaz de generar la energía térmica necesaria para permitir el flujo del disolvente dentro del aparato de extracción de acuerdo con lo indicado en la Fracción G.5. de este Manual.

D.4. HORNO

Capaz de mantener una temperatura de $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ y capacidad suficiente para contener la muestra de mezcla asfáltica.

D.5. FUENTE DE CALOR

Para calcinar el residuo, capaz de mantener una temperatura de 500 a 600°C , que puede ser alguno de los siguientes equipos:

D.5.1. Mechero de gas de alta combustión (mechero Bunsen)

Con sus accesorios, tales como un trípode o soporte, un triángulo de pipa, un medidor de temperatura en el rango antes indicado y pinzas para crisol, con las características y tamaño adecuado para permitir que el mechero calcine el contenido del crisol.

D.5.2. Horno de ignición

Con control de temperatura y con la capacidad suficiente para contener el crisol y su contenido.

D.6. CHAROLAS PLANAS

De lámina galvanizada, de forma rectangular y con las dimensiones suficientes para contener la muestra de mezcla asfáltica.

D.7. CUCHARA DE ALBAÑIL O ESPÁTULA

De tamaño adecuado para poder manipular el material.

D.8. PROBETA O RECIPIENTE GRADUADO

De 1 o 2 L de capacidad y con aproximación de 0,1 mL.

D.9. CRISOL

De porcelana, capaz de soportar las temperaturas de calcinación y de al menos 125 mL de capacidad.

D.10. DESECADOR

De vidrio, con las dimensiones adecuadas y con cloruro de calcio anhidro como elemento deshidratante.

D.11. MALLA DE DISTRIBUCIÓN TÉRMICA

Rejilla de tela de alambre con un revestimiento resistente al calor, de aproximadamente 3 mm (0,1 in) de espesor para su uso como aislante entre el recipiente de vidrio del aparato de extracción y la parrilla eléctrica, que permita distribuir la temperatura de manera uniforme.

D.12. PAPEL FILTRO

Hojas de forma circular de grado medio y de filtrado rápido. El diámetro del papel filtro por utilizar será el adecuado para cubrir toda la malla metálica del cono sin que sobresalga de éste.

D.13. MANGUERAS DE GOMA

Con la forma, tamaño y características que permitan conectarlas a la tapa del aparato de extracción, que actúa como condensador para establecer un flujo de agua.

D.14. CRONÓMETRO O RELOJ

Con aproximación de 1 s.

D.15. EQUIPO GENERAL DE LABORATORIO

Tal como pipetas, probetas o recipientes graduados con aproximación de 0,1 mL, de tamaño y capacidad suficiente para manipular los disolventes y soluciones a que se refieren las Fracciones D.16. y D.17. de este Manual.

D.16. DISOLVENTE

Se pueden utilizar otros grados de pureza distintos a los indicados en este Manual, siempre que primero se compruebe que el disolvente es de una pureza suficientemente alta para permitir su uso sin disminuir la exactitud de la determinación. El disolvente para el cemento o residuo asfáltico será alguno de los siguientes:

- Cloruro de metileno, grado de pureza técnico,
- bromuro de propilo normal (nPB), o
- tricloroetileno, grado de pureza técnico, tipo 1.

D.17. SOLUCIÓN SATURADA DE CARBONATO DE AMONIO $[(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3]$

De grado de pureza reactivo.

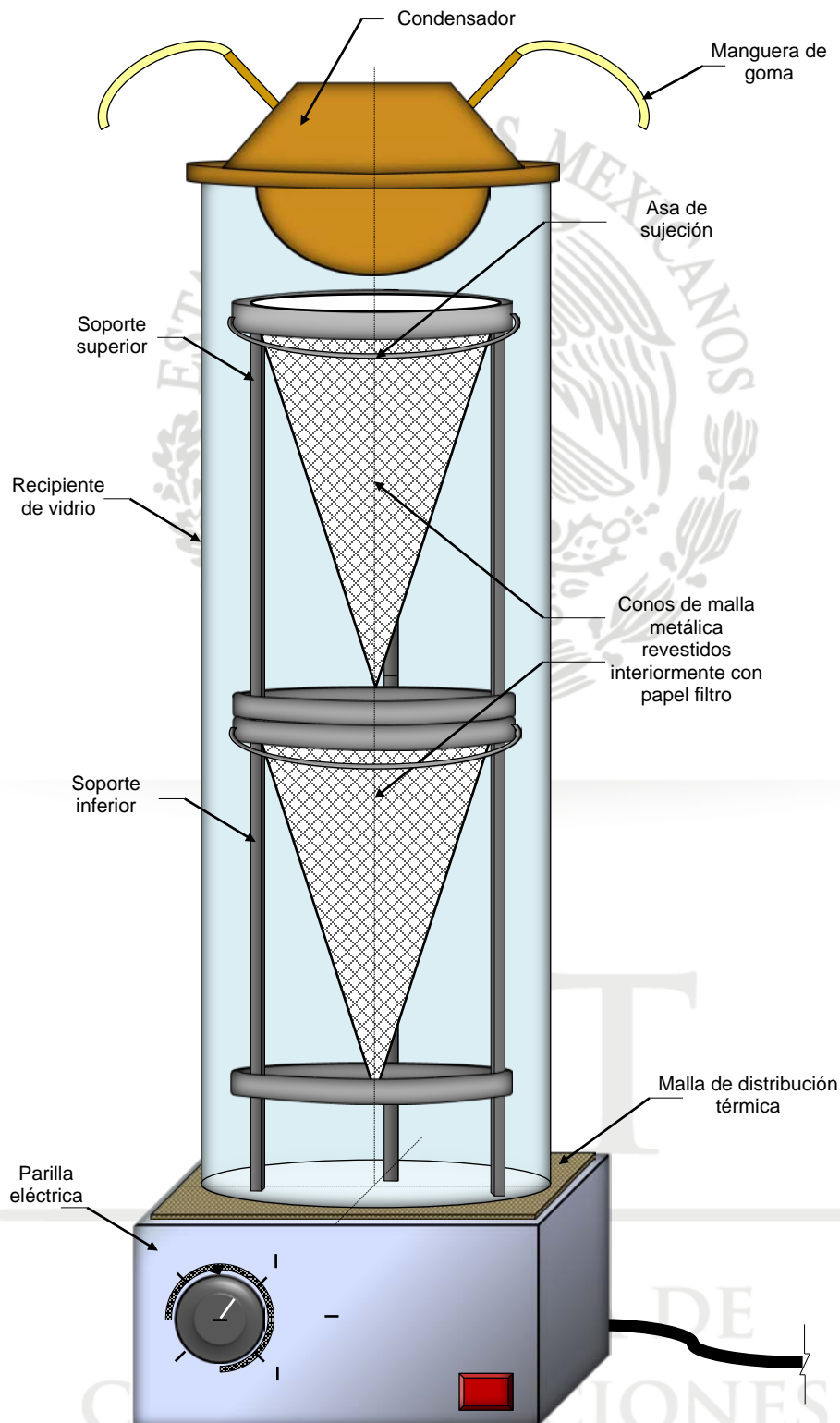


FIGURA 1.- Aparato de extracción por sistema de conos de filtrado montado sobre la parrilla eléctrica

E. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

La preparación de la muestra de mezcla asfáltica, obtenida según se establece en el Manual M-MMP-4-05-032, *Muestreo de Mezclas Asfálticas*, se hace de la siguiente manera:

- E.1.** Si la muestra de mezcla asfáltica no está lo suficientemente suave para prepararla con una cuchara de albañil o espátula, se coloca en una charola plana y se calienta en una parrilla eléctrica u horno a una temperatura de $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ durante el tiempo necesario para poder manejarla y homogeneizarla, obteniendo en ese instante, mediante cuarteos, la masa de material necesaria para realizar la prueba.
- E.2.** El tamaño de la porción de la muestra de mezcla asfáltica se determina en función del tamaño máximo nominal del material pétreo de la mezcla, de acuerdo con lo indicado en la Tabla 1 de este Manual.

TABLA 1.- Tamaño de la porción de la muestra de mezcla asfáltica

Tamaño máximo nominal del material pétreo mm (in)	Masa mínima de la porción de la muestra de mezcla asfáltica kg
4,75 (N°4)	0,5
9,50 ($\frac{3}{8}$)	1,0
12,50 ($\frac{1}{2}$)	1,5
19,00 ($\frac{3}{4}$)	2,0
25,00 (1)	3,0
37,50 ($1\frac{1}{2}$)	4,0

- E.3.** Cuando la masa de la porción de la muestra de mezcla asfáltica exceda la capacidad del equipo que se emplee, ésta puede ser dividida en fracciones aproximadamente iguales, para ser ensayadas por separado y cuyo resultado se combinará adecuadamente para determinar el contenido de cemento o residuo asfáltico.
- E.4.** Con el fin de eliminar el contenido de agua de la porción de la muestra de mezcla asfáltica, se coloca en una charola y calienta a una temperatura de $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ durante el tiempo necesario para evaporar los disolventes y el agua que contiene, removiendo el material constantemente con la cuchara de albañil o espátula para evitar sobrecalentamientos que pudieran afectar sus características, hasta que deje de observarse la evaporación del agua.

F. TRABAJOS PREVIOS

Previo al inicio de la prueba y como parte integral de la misma se efectuarán las siguientes actividades:

- F.1.** Se secan al horno 2 hojas de papel filtro a $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ hasta masa constante. Cada hoja se dobla varias veces por su diámetro, después de lo cual se abren y colocan en la superficie interior de los conos de malla metálica del aparato de extracción.
- F.2.** Se determina la masa de los soportes, que incluya sus correspondientes conos de malla metálica y el papel filtro que los recubre, registrándola como W_1 , en g. Se identifica cada uno de los soportes (inferior y superior) con un número para evitar confusiones al momento de ensamblarlos.

G. PROCEDIMIENTO DE LA PRUEBA

- G.1.** La porción de la muestra de mezcla asfáltica se distribuye en dos partes aproximadamente iguales entre los dos conos de malla metálica revestidos interiormente con papel filtro, cuidando que la parte más alta de la porción de muestra colocada en cada cono no sobresalga por arriba de un plano horizontal definido por el borde superior del papel filtro. Se determina nuevamente la masa de los soportes incluyendo la porción de la muestra de mezcla asfáltica que contienen ambos conos metálicos, registrándola como W_2 , en g.

- G.2.** Se selecciona alguno de los disolventes indicados en la Fracción D.16. de este Manual y se vierte en el recipiente de vidrio del aparato de extracción, introduciendo posteriormente el soporte correspondiente a la sección inferior, donde se inserta el cono con el papel filtro que contiene una parte de la porción de la muestra de mezcla asfáltica, verificando que al instalarlo el nivel del disolvente no llegue al vértice o parte más baja de dicho cono, ya que de ser así se extraerá la cantidad necesaria del disolvente para que no llegue a tocarlo.
- G.3.** Se toma el soporte correspondiente a la sección superior del aparato de extracción, y en éste se inserta el cono con el papel filtro que contiene la otra parte de la porción de la muestra de mezcla asfáltica. Este conjunto se acopla sobre la sección inferior, cuidando que quede firmemente asegurado y en su posición correcta.
- G.4.** Se coloca la malla de distribución térmica sobre la parrilla eléctrica y sobre ésta el aparato de extracción ensamblado conforme a las dos Fracciones anteriores. Se ajusta cuidadosamente el condensador del aparato de extracción que actuará como tapa y se conectan las mangueras de goma por las que se hace circular agua fría con flujo ligero y uniforme a través de éste.
- G.5.** Enseguida se enciende la parrilla eléctrica, de tal manera que el disolvente gradualmente se volatilice, condensándose paulatinamente sobre el condensador para gotear dentro del cono superior en forma constante. Se ajusta la temperatura de la parrilla eléctrica para mantener el flujo de disolvente a un ritmo tal que la porción de la muestra de mezcla asfáltica alojada en los conos permanezca completamente cubierta con disolvente condensado, pero sin permitir su desbordamiento por los extremos de los conos revestidos de papel filtro. Una vez establecida la circulación del disolvente en la forma mencionada, el cemento o residuo asfáltico disuelto será separado de la porción de la muestra de mezcla asfáltica y depositado en la parte inferior del recipiente, quedando en los conos el material pétreo.
- G.6.** Se continúa la extracción del cemento o residuo asfáltico hasta que el disolvente que escurre por la parte más baja del cono inferior, visto contra un fondo blanco, tenga un ligero color amarillento; cuando esto ocurra, se suspende la aplicación del calor pero sin detener el flujo de agua del condensador, dejando el dispositivo bajo estas condiciones hasta que el recipiente se enfríe a una temperatura tal que pueda manipularse.
- G.7.** Se retira el condensador y se sacan del recipiente de vidrio los soportes, que incluyen su correspondiente cono metálico y papel filtro, que contiene el material pétreo producto de la dilución de la mezcla. El material pétreo se seca al aire el tiempo suficiente para volatilizar el exceso de disolvente para posteriormente vaciarlo en una charola e introducirlo en el horno, donde a una temperatura de $110 \pm 5^\circ\text{C}$, se seca a masa constante, registrando su masa como W_p , en g.
- G.8.** Se determina la cantidad de material mineral en la solución de cemento o residuo asfáltico extraída contenida en el recipiente de vidrio del aparato de extracción, para lo cual:
- G.8.1.** La solución se pasa a un recipiente graduado o probeta de 1 ó 2 L, considerando que incluso los residuos asentados en el recipiente de vidrio del aparato de extracción se integrarán a esta solución, recuperándolos mediante un lavado adicional del recipiente de vidrio con disolvente limpio. A continuación, se determina el volumen de la solución mediante la escala del recipiente graduado o probeta, registrándolo como V_1 , en mL.
- G.8.2.** Se mezcla perfectamente la solución y de inmediato se toma una porción con volumen V_2 , de aproximadamente 100 mL, la cual se coloca en un crisol de porcelana, cuya masa W_3 , en g, se determinó previamente. Dicha muestra se seca con la parrilla eléctrica para volatilizar el exceso de disolvente.
- G.8.3.** Posteriormente mediante el uso de un mechero Bunsen y sus accesorios o mediante un horno de ignición, se calcina el residuo a una temperatura de 500 a 600°C hasta obtener una ceniza color rojo oscuro.

- G.8.4.** La ceniza producto de la calcinación se deja enfriar y se determina su masa dentro del crisol, registrándola como W_3' , en g. Posteriormente se determina la masa de la ceniza al restarle la masa del crisol vacío mediante la siguiente expresión:

$$W_{cen} = W_3' - W_3$$

Donde:

W_{cen} = Masa de la ceniza producto de la calcinación, (g)

W_3' = Masa del crisol con las cenizas producto de la calcinación, (g)

W_3 = Masa del crisol, (g)

- G.8.5.** Se adiciona solución saturada de carbonato de amonio en una proporción de 5 mL por cada gramo de ceniza, permitiendo bajo estas condiciones, reposar el crisol a la temperatura ambiente por una hora.

- G.8.6.** A continuación se seca en el horno la ceniza dentro del crisol hasta masa constante, a una temperatura de 100°C, y se coloca en el desecador hasta que tenga una temperatura que permita su manipulación para determinar su masa, registrándola como W_4 , en g.

H. CÁLCULOS Y RESULTADOS

- H.1.** Para cada muestra de mezcla asfáltica probada se calcula y reporta:

- H.1.1.** La masa de la porción de la muestra de mezcla asfáltica, utilizando la siguiente expresión:

$$W_m = W_2 - W_1$$

Donde:

W_m = Masa de la porción de la muestra de mezcla asfáltica, (g)

W_1 = Masa de los soportes, conos y papel filtro, (g)

W_2 = Masa de los soportes, conos, papeles filtros y la porción de la muestra de mezcla asfáltica, (g)

- H.1.2.** La masa de material mineral contenido en la solución, utilizando la siguiente expresión:

$$W_e = \frac{(W_4 - W_3) V_1}{V_2}$$

Donde:

W_e = Masa del material mineral contenido en la solución, (g)

W_3 = Masa del crisol, (g)

W_4 = Masa del crisol con las cenizas obtenida al final de la prueba, (g)

V_1 = Volumen total de la solución extraída incluyendo el disolvente de lavado, (mL)

V_2 = Volumen de la porción de la solución contenida en el crisol en la que se efectuó la calcinación, (mL)

- H.1.3.** El contenido de cemento o residuo asfáltico de la mezcla asfáltica, en por ciento, respecto a la masa de la misma, utilizando la siguiente expresión:

$$CA_m = \frac{W_m - W_p - W_e}{W_m} \times 100 (\%)$$

Donde:

CA_m = Contenido de cemento o residuo asfáltico de la mezcla asfáltica con respecto a la masa de la misma, (%)

W_m = Masa de la porción de la muestra de mezcla asfáltica, (g)

W_p = Masa de los materiales pétreos, (g)

W_e = Masa del material mineral contenida en la solución, (g)

- H.1.4.** El contenido de cemento o residuo asfáltico de la mezcla asfáltica, en por ciento, respecto a la masa de los materiales pétreos, utilizando la siguiente expresión:

$$CA = \frac{W_m - W_p - W_e}{W_p + W_e} \times 100 (\%)$$

Donde:

CA = Contenido de cemento o residuo asfáltico de la mezcla asfáltica, respecto a la masa de los materiales pétreos, (%)

W_m = Masa de la porción de la muestra de mezcla asfáltica, (g)

W_p = Masa de los materiales pétreos producto de la dilución de la mezcla asfáltica, (g)

W_e = Masa del material mineral contenido en la solución, (g)

I. PRECAUCIONES PARA EVITAR ERRORES

Para evitar errores durante la ejecución de la prueba, se observarán las siguientes precauciones:

- I.1.** Realizar la prueba en un lugar cerrado, limpio, con ventilación indirecta abundante, equipado con un sistema de extracción capaz de expulsar eficazmente del ambiente de trabajo los materiales volatilizados, en el entendido de que los disolventes empleados son tóxicos, libre de cambios de temperatura y de partículas que provoquen la contaminación de las muestras de mezcla asfáltica.
- I.2.** Cuidar que todo el equipo esté perfectamente limpio, para que al realizar la prueba, los materiales no se mezclen con agentes extraños que alteren el resultado.
- I.3.** Cuidar que el recipiente de vidrio del aparato de extracción esté libre de grietas, rayones o cualquier otra evidencia de fallas que puedan causar su ruptura durante el calentamiento.
- I.4.** Asegurarse que la balanza esté limpia en todas sus partes, bien calibrada y colocada en una superficie horizontal, sin vibraciones que alteren las lecturas.
- I.5.** Cuidar que los soportes circulares, sus conos de malla metálica y los papeles filtro que los recubren interiormente, estén debidamente alineados con el eje vertical del recipiente de vidrio del aparato de extracción.
- I.6.** Cuidar que el condensador que actúa como tapa del aparato de extracción quede asegurado correctamente, con lo cual se evitará el escape de disolventes y la subsecuente contaminación del ambiente.
- I.7.** Asegurarse que durante la prueba, el calor se aplique en forma gradual sobre el aparato de extracción, a fin de evitar que se derrame el disolvente y se originen imprecisiones, o bien, que se causen daños por sobrecalentamiento de las mezclas.