

**ESCUELA TECNICA SUPERIOR DE INGENIEROS DE  
CAMINOS, CANALES Y PUERTOS**

**METODOLOGIA PARA LA  
CARACTERIZACION DE LIGANTES  
ASFALTICOS MEDIANTE EL EMPLEO  
DEL ENSAYO CANTABRO**

Autor: Jorge-Rodrigo Miro Recasens  
Director: Felix Edmundo Perez Jimenez

Barcelona, marzo de 1994

## Capítulo 3

# CARACTERIZACION DE LOS LIGANTES ASFALTICOS

### 1. CARACTERIZACION DE LIGANTES ASFALTICOS

Es practicamente imposible conocer las propiedades y comportamiento de un ligante bituminoso basándose en la valoración de los distintos componentes elementales que lo forman, porque su número es muy grande y no es posible en la práctica aislar cada uno de ellos; pero además, aunque pudiesen aislarse los diferentes componentes elementales constitutivos del ligante bituminoso, no conoceríamos sus propiedades con suficiente exactitud, ya que en su comportamiento no es la composición química la que juega el papel principal, sino la constitución físico-química del complejo coloidal que es el ligante bituminoso. Es por ello que la caracterización de los ligantes bituminosos se hace por medio de ensayos físico-mecánicos, aunque dada su complejidad, es necesario recurrir a una gran variedad de ensayos que aisladamente van definiendo cada una de sus propiedades.

La mayor parte de estos ensayos se utilizan fundamentalmente para identificar el producto y comprobar que satisface las especificaciones fijadas. Otros, intentan dar una idea del comportamiento del betún bajo la acción de las cargas producidas por el tráfico y los agentes atmosféricos. No obstante, solo determinan indirectamente la propiedad que nos interesa, no caracterizando suficientemente su comportamiento.

Para abordar el estudio de los diferentes ensayos de caracterización, y debido al gran número existente, se han agrupado en función de la propiedad que pretenden valorar. Estas propiedades pueden clasificarse en:

- Propiedades másicas o propiedades relativas al estado del ligante.
- Propiedades mecánicas, relativas a su comportamiento frente tensiones o deformaciones.
- Adhesividad, relativa a la adhesión al árido en presencia de agua.
- Durabilidad o resistencia al envejecimiento.
- Propiedades químicas, relativas a su composición y estructura coloidal.

La tabla 3.1 muestra los ensayos de caracterización generalmente utilizados en la valoración de cada una de estas propiedades. De los ensayos aplicados a los ligantes bituminosos se tratarán únicamente los relativos a ligantes asfálticos, omitiendo todos aquellos que son exclusivos de los ligantes fluidificados y las emulsiones asfálticas que, como es sabido, se obtienen a partir de un ligante asfáltico, por disolución de éste en un disolvente volátil o por emulsificación en agua.

### **1.1 PROPIEDADES MASICAS**

Se consideran propiedades másicas aquellas que hacen referencia al estado del ligante o a la variación del mismo por efecto, fundamentalmente, de la temperatura. Pueden distinguirse:

- Densidad
- Viscosidad
- Consistencia
- Susceptibilidad térmica

**Tabla 3.1.** Propiedades y ensayos de caracterización de ligantes asfálticos

PROPIEDADES		ENSAYOS DE CARACTERIZACION
MASICAS	Densidad	Picnómetro
	Viscosidad	Viscosímetro
	Consistencia	Penetración Punto de reblandecimiento
	Susceptibilidad térmica	Índice de penetración Viscosidad-temperatura
MECANICAS	Ductilidad	Ductilómetro
	Fragilidad	Punto Fraass
	Tenacidad	Péndulo Tracción
	Rigidez	Módulo de rigidez
	Elasticidad	Recuperación elástica
ADHESIVIDAD	Adhesividad al árido	Desenvuelta Adhesión mecánica Resistencia conservada tras inmersión
DURABILIDAD	Resist. envejecimiento	Calentamiento Oxidación Rayos ultravioleta y/o infrarrojos
QUIMICAS	Composición	Solubilidad Destilación Exudación Combustión Calcinación Fraccionamiento Análisis químico
	Estructura	Determinación de constantes físicas Espectroscopía ultravioleta e infrarroja Microscopía electrónica Magnetuquímica



### 1.1.1 Densidad

La densidad relativa de un ligante bituminoso es la relación entre la masa de un determinado volumen de ligante y la masa de un volumen igual de agua, a una cierta temperatura.

La densidad de los ligantes bituminosos varía con la temperatura y también con su origen y proceso de destilación; suele ser muy próxima a la unidad variando dentro de pequeños límites de acuerdo con el grado de penetración y en el sentido de que a mayor penetración la densidad se va haciendo menor.

La determinación de la densidad relativa de los betunes, NLT-122/84, suele realizarse por medio de un picnómetro que se llena hasta la mitad con betún, calentado hasta fluidez, completando el llenado con agua a fin de lograr un buen enrase. La densidad relativa viene dada por la expresión:

$$d = (Pc - Pa) / [(Pb - Pa) - (Pd - Pc)]$$

siendo:

d: densidad relativa

Pa: Peso del picnómetro vacío, a t °C, en g

Pb: Peso del picnómetro lleno de agua destilada hasta el enrase, a t °C, en g

Pc: Peso del picnómetro lleno hasta la mitad con el producto a ensayar, a t °C, en g

Pd: Peso del picnómetro con el producto y lleno de agua destilada hasta el enrase, a t °C, en g.

En cuanto a calidad, si el ligante bituminoso tiene una mayor densidad relativa de la que le corresponde, es indicación de que contiene un exceso de impurezas o ha sido sometido a una manipulación defectuosa.

### 1.1.2 Viscosidad

La viscosidad de un ligante es una característica esencial del mismo, tanto desde el punto de vista de su comportamiento en las capas del firme como en el momento de su aplicación, por sus efectos sobre la trabajabilidad, adhesividad y dosificación. La viscosidad de los ligantes bituminosos es función de su temperatura, por lo que su determinación a diferentes temperaturas da una buena idea de cual es su susceptibilidad térmica.

La viscosidad es la resistencia que opone un fluido a deformarse cuando está sometido a la acción de una fuerza que actúa durante un determinado tiempo y es consecuencia del rozamiento interno de las moléculas del mismo. Una parte de la energía aplicada al material se emplea en su movimiento, mientras que otra parte se transforma en calor debido al rozamiento: el fluido es más o menos viscoso según que esta última fracción sea más o menos grande. Para un mismo material la deformación será proporcional a la carga aplicada y al tiempo que dura la actuación de la misma. Se puede decir, por tanto, que la viscosidad es una propiedad que frena la libre y rápida deformación de un material [6, 49].

Si consideramos un elemento de un fluido en movimiento, limitado por dos capas paralelas de superficie  $dS$ , separadas a una distancia  $dy$  y cuya velocidad difiere en  $dv$ , la fuerza  $dF$  que la capa superior ejerce sobre la inferior vendrá dada por la expresión:

$$dF = \eta dS (dv/dy)$$

siendo  $\eta$  una constante característica del fluido, llamada coeficiente de rozamiento interno o viscosidad, que se define como la relación entre la tensión cortante aplicada a un fluido y la deformación que experimenta en la unidad de tiempo:

$$\eta = (dF/dS) / (dv/dy)$$

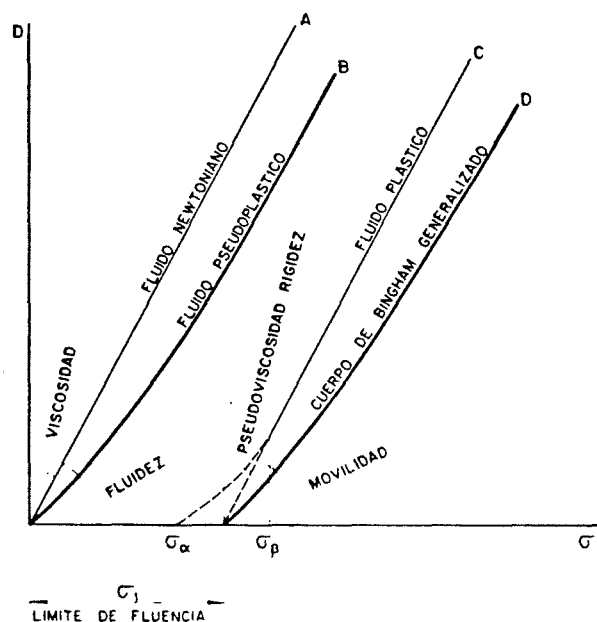
Al incremento de velocidad,  $dv$ , de un plano con respecto al otro, situado a una distancia  $dy$ , medida perpendicularmente a la dirección de la velocidad,  $dv/dy = D$ , se le denomina gradiente de velocidad, que desde el punto de vista geométrico, puede ser identificado con la velocidad de deformación angular,  $d\gamma/dt$ , o simplemente, con la velocidad de deformación:

$$dv/dy = d(de/dt)/dy = d(de/dy)/dt = d\gamma/dt$$

A los fluidos donde existe una proporcionalidad entre la tensión cortante,  $\sigma$ , y el gradiente de velocidad,  $D$ , se les denomina "newtonianos", siendo la constante de proporcionalidad,  $\eta$ , la "viscosidad dinámica" o "viscosidad absoluta".

Su representación en el diagrama  $D-\sigma$  es una recta que pasa por el origen de coordenadas, figura 3.1. La velocidad de deformación es constante a lo largo del tiempo y si la carga deja de aplicarse, el material queda con la deformación que tuviese en ese instante, no produciéndose ninguna recuperación elástica. Algunos tipos de ligantes tienen este comportamiento, especialmente los betunes obtenidos por destilación de crudos de base asfáltica, muchos aromáticos y los que tienen un bajo contenido en asfaltenos debido a que las micelas se encuentran muy dispersas. Pero, en general, no todos se comportan de esta forma.

Hay ligantes, quizás los más frecuentes, en los cuales el comportamiento difiere del newtoniano y en ellos la velocidad de deformación disminuye de una forma continua hasta alcanzar un determinado valor a partir del cual permanece constante siendo proporcional a la tensión de cortante aplicada: si en un momento dado deja de actuar la tensión cortante, el material recupera parte de la deformación con una velocidad decreciente hasta que se estabiliza su forma. A este grupo de ligantes pertenecen aquellos en los que la concentración de micelas es más elevada que en el grupo anterior y además éstas son deformables elásticamente, no existiendo entre ellas uniones estructurales.



**Figura 3.1.** Diagrama reológico

En otros ligantes, la velocidad de deformación disminuye gradualmente hasta alcanzar un mínimo para volver a aumentar indefinidamente si la tensión aplicada tiene un valor suficiente: si en un momento dado se elimina la carga, se produce una recuperación de una parte de la deformación a velocidad decreciente. A este grupo pertenecen los que tienen alto contenido de asfaltenos y micelas formando entre sí estructuras elásticas.

El comportamiento reológico de estos dos últimos tipos de ligantes hace que se les considere como "pseudoplásticos".

La viscosidad de un ligante bituminoso está muy relacionada con su temperatura en el sentido de que cuanto mayor sea ésta, menor será la viscosidad del material; esto exige que siempre deba indicarse la temperatura a la que se ha determinado la viscosidad. En los productos no newtonianos la viscosidad varía no sólo con el valor de la temperatura sino también con la velocidad con que varía ésta, lo que obliga a tener que hacer los ensayos en unas condiciones muy cuidadas.

Debido a que el entorno de viscosidad dentro del cual están comprendidos los productos bituminosos empleados en construcción es muy amplio, se comprende que no exista un solo equipo para medir la viscosidad, sino que, dependiendo del valor de ésta, se empleará el más conveniente.

Para llegar a conocer las propiedades generales y la susceptibilidad térmica del ligante es necesaria la determinación de la viscosidad absoluta, lo cual no es fácil y se realiza sólo en trabajos de investigación. La viscosidad absoluta se determina con aparatos de precisión con los que se determina la succión que es preciso aplicar a un tubo capilar, el esfuerzo necesario para la rotación de dos cilindros coaxiales, o bien por la fuerza tangencial precisa para el deslizamiento de dos placas entre las cuales existe una película del producto a ensayar, figura 3.2 [8]. Generalmente el más utilizado es el viscosímetro de torsión constituido por dos cilindros verticales y coaxiales; el exterior o cubeta es fijo y tiene doble pared para permitir la circulación de aceite a la temperatura de ensayo, y el interior es móvil y está sometido a la acción de un par permitiendo, por medio de un dispositivo de medida, observar los desplazamientos angulares del mismo. Entre los dos cilindros se coloca la muestra de betún cuya viscosidad quiere determinarse. Para evitar el rozamiento del betún con el fondo de la cubeta se llena ésta con una capa de mercurio.

En la práctica no suele determinarse la viscosidad absoluta, sino que se calcula la viscosidad cinemática como el tiempo en el que una cantidad determinada de producto bituminoso fluye en condiciones normalizadas. La viscosidad cinemática de un fluido newtoniano es el cociente entre la viscosidad dinámica o absoluta y la densidad, determinadas ambas a la misma temperatura.

Uno de los viscosímetros más utilizados es el tipo Saybolt-Furol. Para realizar el ensayo, NLT-133/85, se llena el recipiente cilíndrico hasta una altura determinada con el producto a ensayar manteniendo la temperatura de ensayo por medio de un baño termostatzado que puede contener agua cuando la temperatura de ensayo es inferior a 100 °C o aceite cuando es superior a este valor.

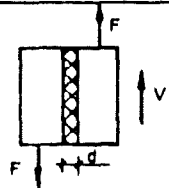
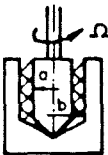
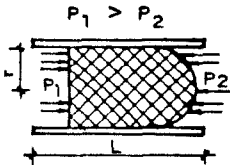
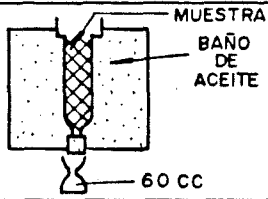
MEDIDA DE LA VISCOSIDAD	PRINCIPIO BASICO DE LA MEDIDA	ESQUEMA DE ENSAYO	FORMULA DE CALCULO
ABSOLUTA	ESFUERZO CORTANTE		$\eta = \frac{F d}{A V}$ A = AREA DE LA PLACA
ABSOLUTA	ESFUERZO CORTANTE		$\eta = \frac{T (b^2 - a^2)}{4 \pi \Omega a^2 b^2}$ Ω = VELOCIDAD DE ROTACION
ABSOLUTA	FLUJO CAPILAR		$\eta = \frac{\pi r^4 (P_1 - P_2)}{8 Q L}$ Q = CAUDAL
RELATIVA	TIEMPO DE FLUENCIA		_____

Figura 3.2. Determinación de la viscosidad en ligantes asfálticos

Cuando la temperatura de la muestra se ha homogeneizado, se quita el tapón del recipiente y se mide el tiempo en segundos que tardan en fluir por un orificio de 3,15 mm de diámetro, 60 ml del producto a ensayar, que cae sobre un recipiente aforado. Este viscosímetro se utiliza unicamente con ligantes con una viscosidad mayor de 100 s.

El viscosímetro Engler tiene un fundamento parecido al anterior pero es necesario determinar previamente el tiempo que tarda en fluir un volumen igual de agua a 25 °C. La viscosidad relativa viene dada como la relación de tiempos que tarda en salir por un orificio el betún y el volumen igual de agua. El primero a la temperatura de ensayo, y el agua a 25 °C.

En el viscosímetro Redwood, el recipiente interior y el orificio de salida están calibrados de forma que el agua a 25 °C tarda un segundo en salir, con lo cual, el tiempo en segundos que tarda en salir el ligante bituminoso dará directamente el valor de la viscosidad relativa.

Para los alquitranes se utiliza el sistema e.v.t. o de equiviscosidad. En él se fija el tiempo de ensayo y se expresa la viscosidad como la temperatura para la que el tiempo de fluencia del ligante es de 50 segundos. El valor obtenido se emplea para la clasificación de los alquitranes.

### **1.1.3 Consistencia**

Los ensayos más habituales para la determinación de la consistencia de un ligante son el ensayo de penetración y la determinación del punto de reblandecimiento.

#### **Penetración**

El ensayo más utilizado para evaluar de una manera práctica la consistencia de los betunes asfálticos es el denominado de penetración, NLT-124/84, dando lugar a que estos betunes se clasifiquen por su penetración e incluso que se denominen “betunes de penetración”.

El resultado de este ensayo, tal como se aplica a los betunes asfálticos, se expresa por la profundidad, en décimas de milímetro, a que una aguja, de dimensiones dadas, penetra verticalmente en la muestra de material, fijadas las condiciones de peso, tiempo y temperatura (100 g, 5 s y 25 °C, respectivamente)

Fundamentalmente pretende ser una medida de la viscosidad, donde la tensión cortante viene dada por la carga dividida por la superficie de la punta de la aguja en contacto con el betún, en un momento dado. En consecuencia, disminuye al penetrar la aguja en el betún [97].

Para los materiales newtonianos que poseen una misma viscosidad para cualquier valor de la tensión cortante aplicada, se ha establecido una relación entre la penetración y la viscosidad:

$$\eta = 5,3 \times 10^9 / \text{pen}^{1,93}$$

donde:

$\eta$ : viscosidad, en poises

pen: penetración (100 g, 5 s), en décimas de mm.

Si el material no es newtoniano, la viscosidad aparente o consistencia del mismo es función de la tensión cortante empleada en la medida. Durante el ensayo de penetración, la viscosidad aparente cambia constantemente y el valor de la penetración hallado no tiene la misma significación física que en los materiales puramente viscosos.

Aunque este ensayo es importante, la penetración por sí sola no permite definir las características reológicas de un betún, y aunque en algunos casos existen buenas correlaciones entre viscosidad absoluta y penetración, como la dada por Saal:

$$\eta = 1,58 \times 10^{10} / \text{pen}^{2,16}$$

las distintas procedencias de los betunes hacen variar estas correlaciones [8, 50].



Los resultados obtenidos en el ensayo de penetración, pueden conducir a interpretaciones erróneas si no se conoce previamente el comportamiento reológico del material, ya que betunes de igual penetración pueden tener características muy diferentes [97].

Si el producto es demasiado fluido para poder determinar la consistencia mediante el ensayo de penetración, se utiliza el **ensayo del flotador**, NLT-183/85. El procedimiento consiste en rellenar con el material bituminoso el interior de una pieza metálica en forma de tronco de cono denominada collar, el cual, una vez frío el material, se enrosca en el fondo de una cazoleta metálica llamada flotador. El conjunto flota, haciendo de tapón el material bituminoso, en un baño de agua a temperatura especificada, midiéndose el tiempo en segundos que tarda el agua en entrar en el interior del flotador a través del material reblandecido por efecto de la temperatura del agua.

### **Punto de reblandecimiento**

Los ligantes bituminosos no son sólidos cristalinos con un punto de fusión bien definido, es decir, una temperatura determinada para pasar del estado sólido al líquido, sino que al elevarse la temperatura, van perdiendo consistencia, haciéndose fluidos poco a poco.

El punto de reblandecimiento trata de establecer la temperatura a la que el betún obtiene una fluidez determinada. En sí, la temperatura a la que se mide el punto de reblandecimiento es sólo un dato con valor relativo o comparativo, ya que las betunes no son, en ningún momento, ni sólidos ni líquidos perfectos, sino que son cuerpos viscosos, muy sensibles a la duración de las sollicitaciones y a la temperatura.

Su determinación es, por tanto, arbitraria y es preciso indicar las condiciones de ensayo para que un valor numérico pueda ser significativo. El punto de reblandecimiento se establece únicamente con fines de comparación del comportamiento de unos betunes con respecto a otros no siendo un índice de un cambio definido de propiedades a una temperatura determinada.

La forma lineal de la relación viscosidad-temperatura, de la que se hablará más tarde, indica, en general, que el punto de reblandecimiento no representa una temperatura crítica en la que haya un cambio brusco en la viscosidad del material [97].

La determinación del punto de reblandecimiento puede hacerse por diferentes métodos; los principales son el de anillo y bola y el de Kräemer-Sarnov.

En el método de anillo y bola (AB), NLT-125/84, el anillo se llena con material fluido, dejándolo enfriar hasta temperatura ambiente y enrasándolo después con una espátula caliente. Se coloca encima del disco de material una bola de acero y se sumerge el conjunto en un recipiente con agua que debe calentarse a una velocidad de 5 °C por minuto. El punto de reblandecimiento es la temperatura que marca el termómetro colocado en el agua, en las proximidades de la muestra, en el instante en que la bola, arrastrando el producto bituminoso llega a una placa de referencia situada a 25 mm por debajo de la probeta.

En el método de Kräemer-Sarnov (KS), el sistema es parecido al de anillo y bola. En el fondo de un tubo de vidrio se coloca un tapón de asfalto de 25 g de peso, echando posteriormente en el tubo 5 g de mercurio que gravitarán sobre el asfalto. El tubo se introduce en un baño de agua que se va calentando a una velocidad de 2 °C por minuto, hasta que el asfalto toca el fondo del baño o el mercurio atraviesa el producto. En este caso el punto de reblandecimiento viene definido como la temperatura del agua en las proximidades de la muestra, en el momento de que el asfalto toque el fondo o haya sido penetrado por el mercurio.

Aproximadamente la relación existente entre los resultados de los dos ensayos es:

$$KS = AB - 12$$

### 1.1.4 Susceptibilidad térmica

La viscosidad de un betún está muy relacionada con la temperatura en el sentido de que al elevarse ésta la viscosidad disminuye. Esto es debido a que al aumentar la temperatura disminuye la viscosidad del líquido intermicelar del betún y las fuerzas de absorción que tienden a unir a las moléculas se debilitan. El aumento de la temperatura de un betún produce transformaciones reológicas importantes en el mismo, que son de gran utilidad a la hora de ponerlo en obra.

La susceptibilidad de un producto bituminoso indica la sensibilidad que presenta el mismo a variar su viscosidad por elevación de la temperatura. Esta susceptibilidad debería ser lo más baja posible para la gama de temperaturas de servicio, sin que llegue a ser un sólido quebradizo a temperaturas frías o un líquido relativamente viscoso a temperaturas elevadas. De esta forma se definiría lo que podríamos denominar una susceptibilidad ideal, tal como se indica en la figura 3.3, en la que se representa en escala logarítmica los gráficos de un betún normal y de uno "ideal" [94].

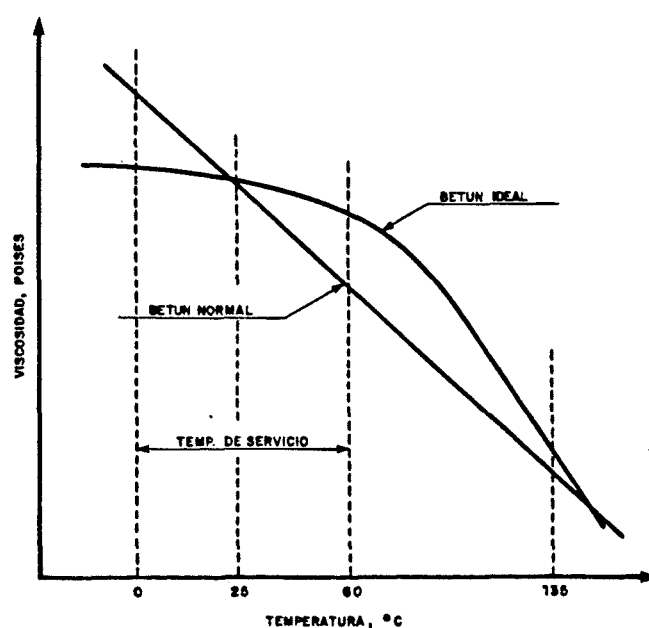


Figura 3.3. Susceptibilidad térmica de los betunes (Olivares, 1986)

Los betunes asfálticos son puestos en obra con viscosidades bajas, obtenidas generalmente por calentamiento del material, de forma que permitan la envuelta y “mojado” con los áridos. Una vez fríos adquieren de nuevo su consistencia primitiva, cohesionando el esqueleto mineral, al que dota, en estas condiciones, de la resistencia adecuada para soportar la acción del tráfico. No obstante, el producto bituminoso una vez puesto en obra, debe conservar su consistencia ante los cambios de temperatura ambiente. De no ser así, si aquella baja más de lo debido, al elevarse la temperatura el firme se deformará bajo las cargas del tráfico. Por otra parte, si el betún se endurece, se hace frágil y el firme puede agrietarse.

Según esto, la determinación de la susceptibilidad térmica de un betún es de vital importancia; para la determinación de la misma, existen dos parámetros fundamentales: el índice de penetración y el coeficiente logarítmico de temperatura.

### **Índice de penetración**

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

Si se representa el logaritmo de la penetración en función de la temperatura,  $T$ , a la que se realiza el ensayo, se obtienen una función lineal, lo cual sugirió que la pendiente de la recta pudiera ser usada como índice de la susceptibilidad. Su determinación requería dos ensayos de penetración hechos a distintas temperaturas. Al extrapolar dicha recta hasta la temperatura del punto de reblandecimiento, la penetración correspondiente, para cualquier tipo de betún, resultaba ser del orden de 800; de aquí que el IP pueda calcularse con una sola penetración y el punto de reblandecimiento. Pero el IP no es directamente proporcional a esa pendiente, sino que la relación viene dada por la fórmula:

$$(\log 800 - \log \text{pen})/(\text{PR} - T) = (20 - \text{IP})/(10 + \text{IP}) \times (1/50)$$

donde:

- IP = Índice de penetración
- pen = Penetración (100 g, 5 s), en décimas de milímetro
- PR = Punto de reblandecimiento (anillo y bola), en °C
- T = Temperatura a que se hace el ensayo de penetración, en °C.

De la relación anterior se deduce que un betún cuya penetración fuera independiente de la temperatura tendría un IP de +20, y otro cuya susceptibilidad a los cambios de temperatura fuera infinito, su IP valdría -10. Estos extremos no se dan nunca en la práctica, y el IP de los betunes oscila entre -2,6 y +8; de tal forma que cuanto menor sea el IP, tanto mayor será la susceptibilidad térmica.

El cálculo del IP, NLT-181/84, se obtiene mediante la expresión:

$$\text{IP} = (20 u - 300 v)/(u + 30 v)$$

siendo:

- $u = \log 4 (t_{AB} - t_P)$
- $v = \log 800 - \log P_t$
- $t_{AB}$  = temperatura del punto de reblandecimiento anillo y bola, en °C.
- $t_P$  = temperatura a la que se efectúa la penetración, en °C.
- $P_t$  = penetración a la temperatura  $t_P$

Lo realmente interesante del IP es que se le atribuye una estrecha relación con el tipo reológico del betún asfáltico. Los betunes generalmente utilizados en carreteras, tienen índices de penetración comprendidos entre -1 y +1, siendo inferiores a -1 para los materiales esencialmente newtonianos, frágiles a bajas temperaturas, y superiores a +1 en los betunes oxidados y en los modificados con polímeros, menos sensibles a los cambios de temperatura.

### **Coefficiente logarítmico de temperatura**

El comportamiento de cada betún con la temperatura, es decir, la forma de la función viscosidad-temperatura es muy variable dependiendo de la constitución de cada betún, debido a lo cual es difícil dar una expresión general que relacione ambas variables.

Schweyer, Coombs y Traxler llegaron a la conclusión que si se representa el logaritmo de la viscosidad absoluta de los betunes asfálticos en función de la temperatura, se obtiene una recta, dentro de los límites experimentales de error, a bajas temperaturas y a las elevadas, donde los materiales presentan viscosidades de 1 a 5 poises. Basándose en este hecho, evalúan la susceptibilidad térmica mediante el denominado índice de viscosidad, IV, que se define como “el tanto por ciento de descenso de la viscosidad por grado centígrado de aumento de la temperatura”, y que matemáticamente se puede expresar como:

$$IV = 100 (\eta_a/\eta_b) [1/(T_a - T_b)] - 1$$

donde  $\eta_a$  y  $\eta_b$  son las viscosidades absolutas a las temperaturas centígradas  $T_a$  y  $T_b$ , respectivamente.

Dada la dificultad que presenta el dar una expresión exacta de la relación viscosidad-temperatura lo mejor es hacer determinaciones de viscosidades para temperaturas diferentes con cada producto bituminoso y llevar los valores obtenidos a un gráfico como el de la figura 3.4 [49].

La pendiente de la recta  $\log \eta = f(\log T)$  ha sido denominada coeficiente logarítmico de temperatura y es el valor más usual para evaluar las susceptibilidades relativas a los distintos productos bituminosos [97]. Se puede definir como:

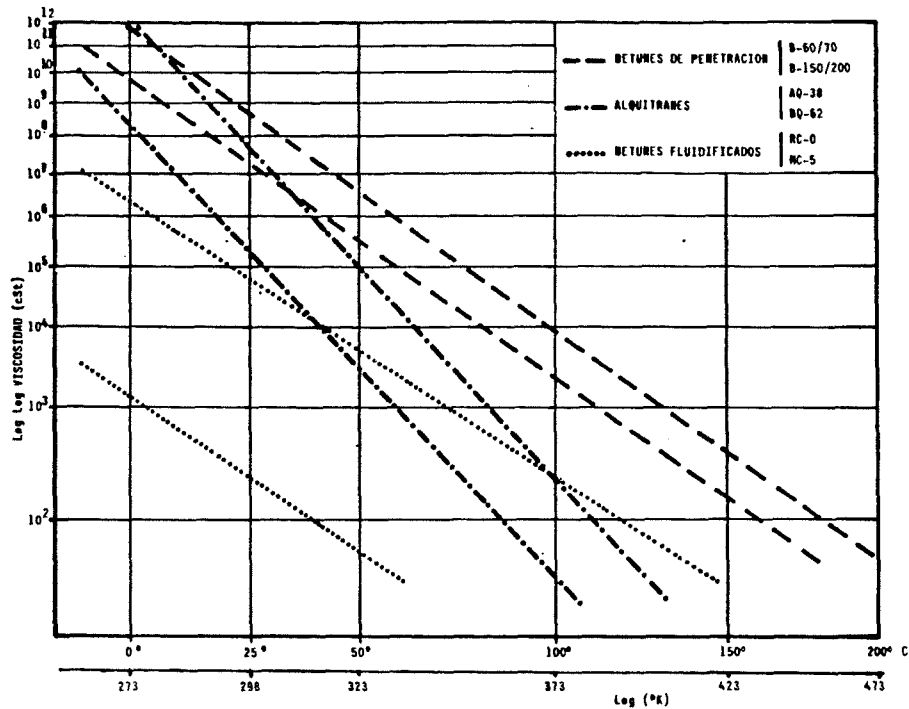


Figura 3.4. Diagramas viscosidad-temperatura de diferentes ligantes bituminosos

$$n = (\log \eta_1 - \log \eta_2) / (\log T_2 - \log T_1)$$

donde:

$n$  : Coeficiente logarítmico de temperatura

$T$  : Temperatura, en °C

$\eta$  : Viscosidad, en poises.

El efecto de la temperatura sobre el betún asfáltico es complicado y confuso por la presencia de la fluencia compleja, no habiéndose encontrado una ecuación general que sea aplicable en un amplio margen de temperaturas. Todo ello indica, una vez más, la necesidad de considerar magnitudes con significación física precisa y establecer métodos rigurosos de medida de las mismas, al objeto de obtener datos experimentales desprovistos del carácter empírico que poseen los obtenidos con los procedimientos usuales.

En cuanto al coeficiente logarítmico de temperatura, admite una crítica cuando se trata de fluidos no newtonianos, ya que la determinación de la viscosidad debería hacerse a una velocidad de deformación fija, con objeto de obtener resultados comparables [97].

## 1.2 PROPIEDADES MECANICAS

Las propiedades mecánicas de los ligantes asfálticos dependen de la temperatura a la que se encuentran y del tiempo durante el que está sometido a una determinada sollicitación, comportamiento reológico. Por ello, al variar la temperatura o el tiempo de sollicitación, un mismo betún presenta características asimilables a las de un cuerpo elástico, visco-elástico o viscoso [8, 100].

El efecto del aumento de la temperatura en la variación de la rigidez, es análogo al tiempo de sollicitación, y ambos están íntimamente relacionados para un betún dado.

El paralelismo en la variación de propiedades cuando se modifica la temperatura o el tiempo de aplicación de la carga, permite tener una idea muy completa del comportamiento reológico del ligante haciendo variar uno sólo de los dos factores. Este es el fundamento de los métodos operativos usados en los ensayos habituales que sirven para determinar unos parámetros capaces de caracterizar las propiedades del ligante.

De los párrafos anteriores se deduce que las propiedades de respuesta mecánica de un betún asfáltico en carreteras, a temperatura fija, depende de la duración de la sollicitación de las ruedas de los vehículos, o sea, de la velocidad de los mismos. En la figura 3.5 se indican las relaciones entre diferentes tipos de aplicación y sus tiempos de sollicitación normal [8].

Así pues, fijado uno de los factores -la temperatura-, los ensayos en el laboratorio deberían reproducir tiempos de aplicación de carga análogos a los indicados en la figura anterior para determinar las características de los ligantes en cada caso.



Dada la complejidad del tipo de estudios necesarios, la caracterización de los ligantes asfálticos se ha venido realizando mediante una serie de ensayos sencillos que de forma parcial e indirecta evalúan y valoran sus propiedades.

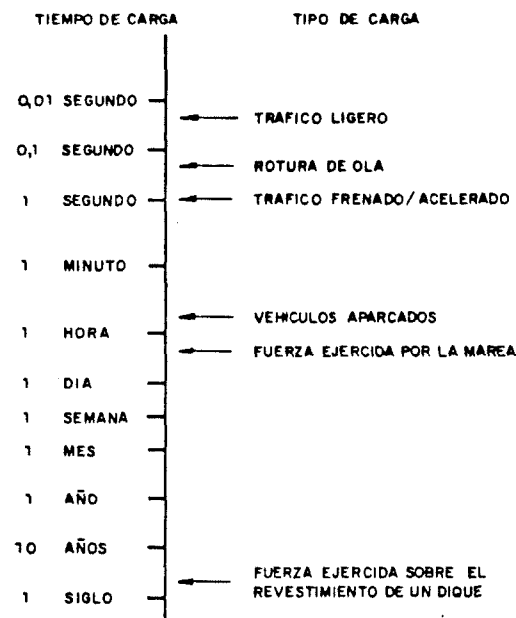


Figura 3.5. Diferentes tipos de carga y su tiempo de aplicación normal

### 1.2.1 Ductilidad

La ductilidad es la capacidad que posee un betún de deformarse por alargamiento sin que su masa se disgregue. Esta propiedad, junto con la adherencia, es de sumo interés para los betunes debido a su forma de trabajar en las aplicaciones que con ellos se hacen y en las que generalmente van a estar sometidos a acciones alternadas de tracción y compresión, provocadas por el tráfico o variaciones térmicas, que deben resistir sin romper.

La ductilidad de un betún se mide por el alargamiento en centímetros hasta rotura que puede soportar una probeta sometida a un ensayo de tracción con velocidad de deformación y temperatura determinadas.

Para un mismo material bituminoso la ductilidad es tanto mayor cuanto mayor es la temperatura a la que está sometido, y para materiales diferentes, la ductilidad crece con la penetración y disminuye con la viscosidad del producto.

La significación de la medida de la ductilidad ha sido siempre muy discutida. Parece ser que la ductilidad mide una combinación de propiedades del betún, pero ninguna de un modo específico. Betunes de igual penetración, pero distinto origen, pueden tener valores muy distintos de ductilidad. En cualquier caso, no es viable una diferenciación de los distintos tipos de betunes basándose en su ductilidad [50, 97].

Inicialmente se pensó que entre la ductilidad y la adhesividad de un betún existían buenas relaciones. Aunque el supuesto no se ha demostrado con suficiente claridad, lo que sí es cierto es la relación inversa entre la cantidad de parafina y la ductilidad; como para betunes asfálticos el aumento de parafina representa una disminución de poder aglomerante del betún, resulta, en definitiva, que aunque la ley no sea sencilla, no parece ilógico el supuesto de una cierta correlación entre la adhesividad y la ductilidad [45]. Hoy solamente parece claro que la ductilidad tiene estrecha relación con las propiedades reológicas del betún y que el ensayo, más que de control, es un ensayo de investigación.

El ensayo de ductilidad, NLT-126/84, se lleva a cabo en un ductilómetro, sometiendo una probeta de forma normalizada a un esfuerzo de tracción realizado a velocidad de deformación y temperatura constante, 5 cm/min y 25 °C, respectivamente. El ensayo se realiza en una cubeta llena de agua a temperatura constante y el alargamiento, en cm, que experimenta la probeta antes de alcanzar la rotura mide la ductilidad del producto ensayado. El equipo permite ensayar cuatro probetas del mismo producto de forma simultánea, tomándose como resultado del ensayo la media de las cuatro determinaciones. El ensayo da, a veces, dispersiones elevadas.

### 1.2.2 Fragilidad

La fragilidad indica la facilidad de alcanzar la rotura un material bajo impacto o pequeñas deformaciones. No puede hablarse de una fragilidad absoluta en un material bituminoso debido a la propia reología del mismo; sin embargo, por debajo de determinadas temperaturas el asfalto puede presentar un comportamiento frágil.

El punto de fragilidad, en ensayo normalizado por Fraass, NLT-182/84, se define como la temperatura a la cual, debido a la rigidez adquirida por el material bituminoso, se observa la primera fisura en la superficie de una película de ligante, extendida sobre una placa metálica que se somete, en condiciones especificadas, a ciclos sucesivos de flexión y temperatura decreciente a razón de 1 °C por minuto.

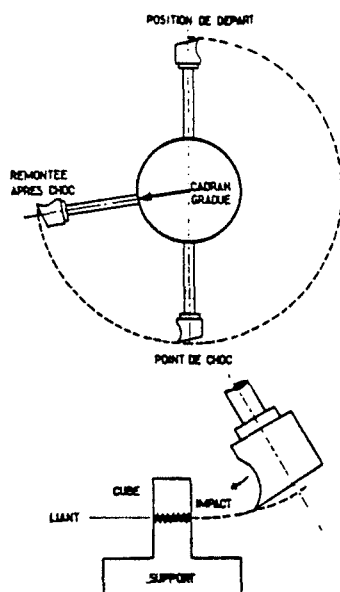
El punto de fragilidad tiene un sentido parecido respecto a la fragilidad del betún como el punto de reblandecimiento respecto a la fluencia.

El valor de este ensayo es sumamente problemático. Numerosos investigadores, entre ellos Pfeiffer [110] dicen que la facilidad de reproducción del mismo es francamente deficiente. Logicamente, un método de ensayo cuya reproducibilidad se considera insuficiente, no puede servir para caracterizar un material.

### 1.2.3 Cohesión

La resistencia a las solicitaciones, por lo que concierne al ligante, está ligada a una característica intrínseca: la cohesión. La cohesión de un ligante en función de la temperatura se evalúa mediante un ensayo desarrollado por Vialit (Viafrance a partir de 1971), basado en la medida de la energía absorbida por la rotura de una película de ligante, a diferentes temperaturas, por efecto del impacto de un péndulo: *mouton-pendule* [85, 98].

Un cubo de acero con una de sus caras estriada, de 10 mm de lado, representando un árido, está pegado por el ligante a ensayar sobre un soporte de acero igualmente estriado. El espesor de la película de ligante es de 1 mm, sobre 1 cm<sup>2</sup> de sección. El extremo del péndulo golpea al cubo en la vertical de su eje de rotación después de girar 180 °, figura 3.6. Debido al choque y a la posición de punto de impacto, el ligante que agarra el cubo se rompe por el plano medio de su espesor. Un cuadrante graduado provisto de una aguja permite medir, en grados, el ángulo suplementario de la oscilación del péndulo, y determinar la energía absorbida durante el impacto para romper el ligante y desprender el cubo.



**Figura 3.6.** Esquema del funcionamiento del *mouton-pendule* (Marvillet y Verschave, 1981)

Con objeto de medir únicamente la energía absorbida por el ligante durante su rotura, el ensayo se efectúa dos veces: en la primera el cubo de acero está pegado al soporte por el ligante, mientras que en la segunda, el cubo no está pegado al soporte. Así, por diferencia de los dos resultados, se puede evaluar de forma precisa la cohesión interna del ligante considerado, a una determinada temperatura de ensayo.

Una tabla permite convertir cada ángulo remontado expresado en grados,  $A_1$  y  $A_2$ , en energía ( $\text{Kgm/cm}^2$ ). Marvillet y Verschave [85] denominan cohesividad a la energía correspondiente a la diferencia ( $A_1 - A_2$ ), esto es, la energía disipada por la rotura del ligante.

De hecho, la energía absorbida por el ligante durante el choque, tiene dos componentes principales:

- la energía de rotura propiamente dicha;
- la energía absorbida por las deformaciones plásticas del producto.

Estas últimas deberían ser pequeñas si se desea una información precisa sobre su cohesión. Así pues, la precisión del resultado de medida dependerá del nivel de consistencia del ligante, es decir, de la temperatura a la que se realice el ensayo.

Como la superficie de la probeta es de  $1 \text{ cm}^2$ , es fácil expresar la cohesión del ligante, a una temperatura dada, por su cohesividad expresada en joules por centímetro cuadrado ( $\text{J/cm}^2$ ). Teniendo en cuenta las características del aparato, en particular la masa del extremo del péndulo y su longitud, el resultado del ensayo estará comprendido entre 0 y  $11,6 \text{ J/cm}^2$ . Más allá de estos valores, el cubo permanecerá en su posición, pegado sobre el soporte, bloqueando el recorrido del péndulo.

Para cada ligante, el ensayo se efectúa, generalmente, a 8 temperaturas diferentes comprendidas entre  $-20$  y  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ , aunque estos valores no son exclusivos y deben ser adaptados al producto ensayado, en función de las características de servicio,

Los resultados obtenidos pueden representarse en una curva cohesión-temperatura [98], figura 3.7, a partir de la cual puede determinarse, por una parte, la temperatura de cohesión máxima y, por otra, el intervalo de consistencia que indica las temperaturas de servicio para un nivel de cohesión dado.

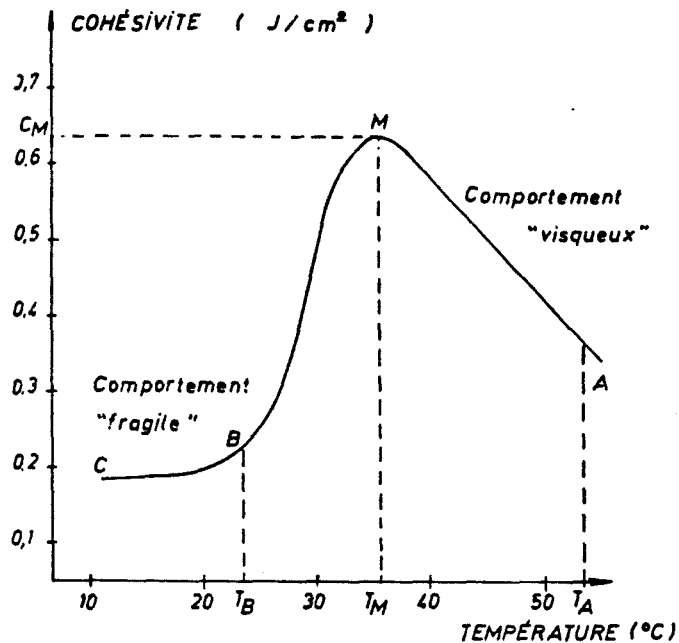


Figura 3.7. Curva tipo de cohesividad de un betún (Perdereau y Le Duff, 1989)

La curva puede descomponerse en tres partes:

- Parte AM: a medida que baja la temperatura, la cohesividad aumenta con la viscosidad, aunque no depende exclusivamente de ella. El comportamiento del ligante en el intervalo de temperaturas correspondiente a AM se califica de viscoso.
- Parte BC: por debajo de la temperatura  $T_B$ , el betún tiene un comportamiento frágil; su baja cohesividad apenas varía con la temperatura.
- Parte MB: corresponde a la zona de transición del estado viscoso al estado frágil (en las condiciones de ensayo), cuyo intervalo de temperaturas puede ser sensiblemente diferente según los betunes.

Las curvas de cohesividad obtenidas son de forma similar, figura 3.8. La temperatura  $T_M$  correspondiente al máximo de las curvas de cohesividad, así como la temperatura  $T_B$  de aparición del estado frágil, es variable para cada tipo de ligante. Se ha escogido  $T_M$  como temperatura representativa, que puede correlacionarse con el índice de inestabilidad coloidal (constitución química) o con la temperatura Fraass. De hecho,  $T_M$  es una temperatura de transición, obtenida a elevadas velocidades de cizalla, entre el comportamiento viscoso y el comportamiento frágil del ligante, mientras que el punto Fraass representa la misma transición, pero obtenida a velocidades de cizallamiento más bajas.

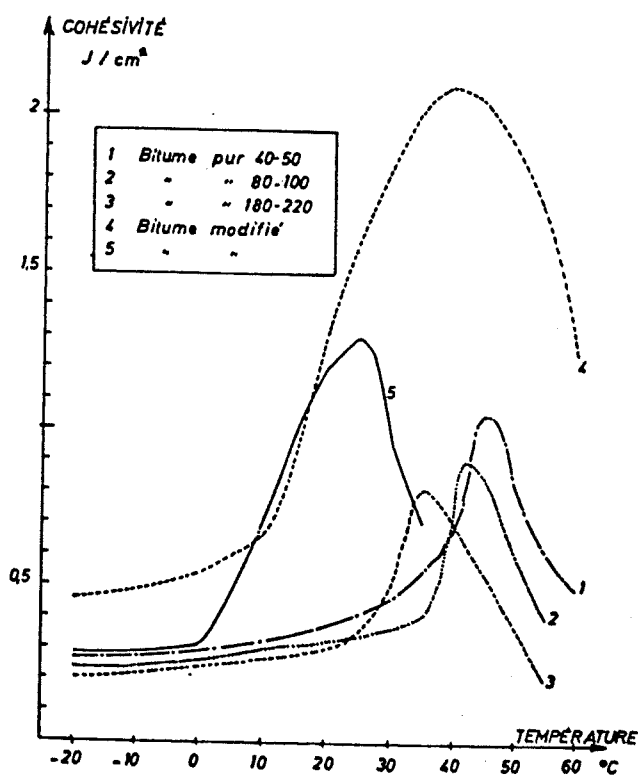


Figura 3.8. Curvas de cohesividad de diferentes betunes (Perdureau y Le Duff, 1989)

### 1.2.4 Rigidez

Los ligantes bituminosos son materiales viscoelásticos cuyo comportamiento depende del tiempo de aplicación de la carga  $t$  y de la temperatura  $T$ . Así como un cuerpo elástico viene caracterizado por un módulo de elasticidad, los materiales viscoelásticos vienen caracterizados por su módulo de rigidez, que es función no sólo del tiempo de aplicación de carga  $t$ , sino también de la temperatura  $T$ :

$$(S)_{t T} = (\sigma/\epsilon)_{t T}$$

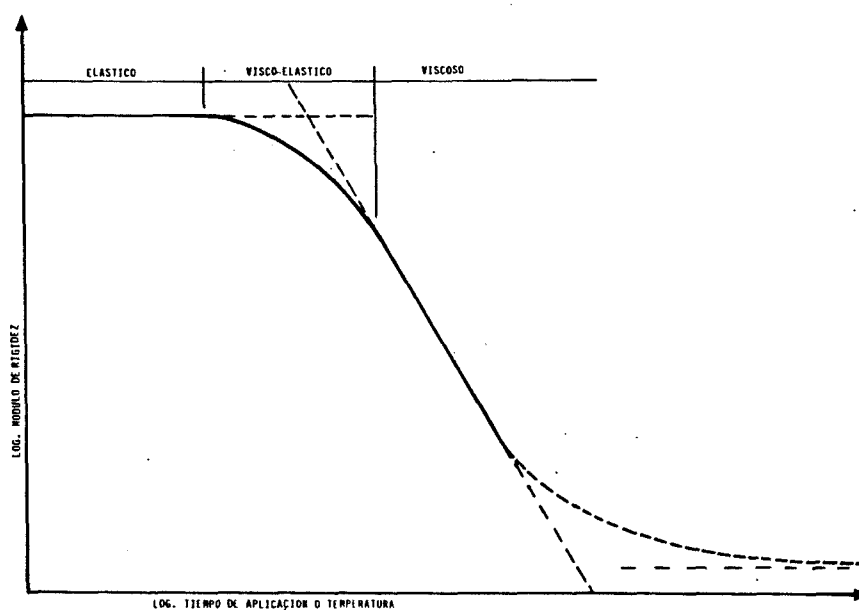
La anterior relación no es totalmente exacta, pues no existe una relación lineal entre la tensión y la deformación para la misma temperatura y el mismo tiempo de aplicación de carga; el módulo depende además de que la aplicación de la carga estática sea la precisa para producir una velocidad de deformación constante o bien que se trate de una carga dinámica [45].

La razón de lo anteriormente expuesto es la naturaleza físico-química de los betunes: la fuerza aplicada a un betún no se transmite directamente a las micelas, sino a través de la fase continua en la que se produce una deformación viscosa, por lo que la transmisión de carga a las micelas no es instantánea sino diferida a causa de la viscosidad de la fase continua. El tiempo necesario para alcanzar el equilibrio lo denomina Van der Poel "tiempo de respuesta".

No obstante, aunque el comportamiento mecánico de los ligantes bituminosos está influido por el estado de tensiones, y la relación entre tensiones y deformaciones es no lineal, su influencia es muy pequeña si se compara con el efecto producido por la temperatura o el tiempo de aplicación de carga. Por tanto, se puede suponer un comportamiento lineal y que su respuesta sólo depende de la temperatura y del tiempo de aplicación de carga, y considerar los betunes como un material viscoelástico lineal.



La figura 3.9 representa la variación del módulo de rigidez en función del tiempo de aplicación de la carga. Para tiempos de aplicación de carga pequeños el módulo de rigidez es independiente del tiempo y el comportamiento de la mezcla es casi elástico. Al aumentar el tiempo de carga, la rigidez va disminuyendo.



**Figura 3.9.** Variación de módulo de rigidez en función del tiempo de aplicación de carga (o de la temperatura)

El módulo de rigidez de los betunes convencionales puede evaluarse a partir de su índice de penetración (IC), para una temperatura y tiempo de aplicación de carga, usando el conocido nomograma de Van der Poel, figura 3.10. No obstante, hay que tener en cuenta que en su trabajo, Van der Poel consideró 48 betunes convencionales y, consecuentemente, el nomograma corresponde a los tipos de betún usados en la investigación original. Por tanto, los betunes de naturaleza modificada pueden estar fuera del rango del nomograma.

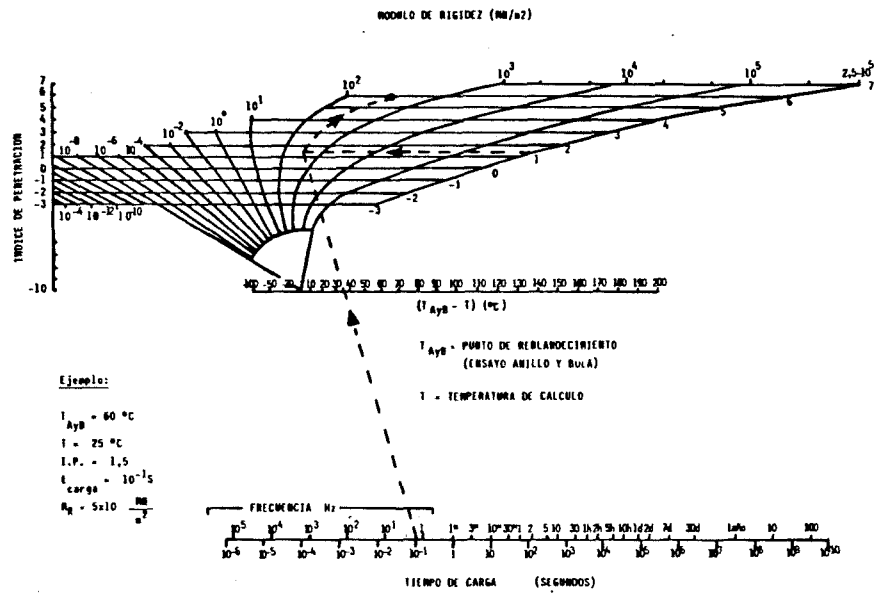


Figura 3.10. Nomograma para estimar el módulo de rigidez de los betunes (Van der Poel)

La ecuación de estado que relaciona tensiones y deformaciones para un material viscoelástico lineal puede estar expresada en función del tiempo de aplicación de carga, o si la carga es sinusoidal, en función de la frecuencia [100]. Si un material viscoelástico lineal es sometido a la acción de una carga oscilante que varíe sinusoidalmente con el tiempo, la deformación producida será también sinusoidal de la misma frecuencia, pero desfasada un ángulo  $\delta$  respecto al estado de tensiones:

$$\sigma = \sigma_0 \text{ sen } \omega t$$

$$\epsilon = \epsilon_0 \text{ sen } (\omega t - \delta)$$

La ecuación reológica de estado para un cuerpo viscoelástico lineal tiene una expresión muy simple en el campo de los números complejos. La tensión vendrá dada por su módulo  $\sigma_0$  y un argumento  $\omega t$  y la deformación toma como módulo  $\epsilon_0$  y argumento  $(\omega t - \delta)$ . La relación entre tensiones y deformaciones es una constante de proporcionalidad que tiene como módulo, el cociente de módulos, y como argumento, el desfase  $\delta$ . Esta constante recibe el nombre de módulo complejo:

$$G^* = G e^{i\delta} = G \cos \delta + i \sin \delta$$

siendo  $G = \sigma_0/\epsilon_0$ .

Dado que la deformación está defasada un ángulo  $\delta$  respecto a la tensión, si descomponemos la tensión en dos componentes, una en fase con la deformación y otra en cuadratura, la parte real del módulo complejo coincide con la relación entre la componente de la tensión en fase y la deformación, mientras que la parte imaginaria corresponde a la relación entre la componente de la tensión en cuadratura y la deformación.

El valor del ángulo de fase indica el carácter elástico o viscoso del material: en un cuerpo elástico la deformación está en fase con la tensión y en un cuerpo viscoso la tensión y la deformación están defasadas  $90^\circ$ . La parte real del módulo complejo es una medida de la elasticidad del material y su parte imaginaria es una medida de su viscosidad.

Cualquier tensión función del tiempo puede ser expresada como suma de tensiones sinusoidales de una frecuencia dada, y por tratarse de un material viscoelástico lineal y ser aplicable el principio de superposición, la respuesta total será la suma de cada uno de los estados sinusoidales actuando separadamente.

Lo expuesto anteriormente proporciona un método para calcular el módulo complejo analíticamente partiendo de ensayos de fluencia. No obstante, el módulo de los ligantes puede determinarse midiendo su respuesta frente a cargas dinámicas con equipos como el *Dynamic Mechanical Thermal Analyser* (DMTA). El equipo DMTA [72] es un instrumento versátil capaz de aplicar una carga sinusoidal sobre una muestra bien sea en torsión, cizalla o tensión y determinar el módulo y ángulo de fase como funciones de la temperatura y/o la frecuencia de carga.

Bonnaure [14] evaluó las propiedades de numerosos ligantes usando ensayos dinámicos, en un amplio rango de temperaturas y condiciones de carga, llegando a la conclusión de que es más aconsejable usar el ángulo de fase del material como indicación de su susceptibilidad térmica, que la rigidez, ya que de betunes con idéntico módulo de rigidez, los de menor ángulo de fase tenían menor susceptibilidad térmica.

El ángulo de fase aumenta con la temperatura, aunque es posible encontrar un máximo a altas temperaturas. La existencia de un pico moderado en el ángulo de fase puede ser deseable en el comportamiento de los ligantes ya que mejora su resistencia a la deformación. La magnitud y posición del pico influyen en su comportamiento: cuanto menor es la magnitud del pico, mejor comportamiento tendrá el ligante; si dos betunes tienen la misma magnitud del pico, el que ocurra a menor temperatura tendrá mejor comportamiento a altas temperaturas.

A partir del módulo complejo y el ángulo de fase obtenidos en función de la temperatura es posible obtener, aplicando el principio de superposición, curvas maestras para el módulo complejo y el ángulo de fase en función de la frecuencia, combinadas con una curva de dependencia de la temperatura [34, 72, 133].

La curva maestra permite obtener los valores de  $G^*$  a una temperatura  $T$ , conociendo el valor del coeficiente de traslación  $\log a_T$  a esa temperatura.

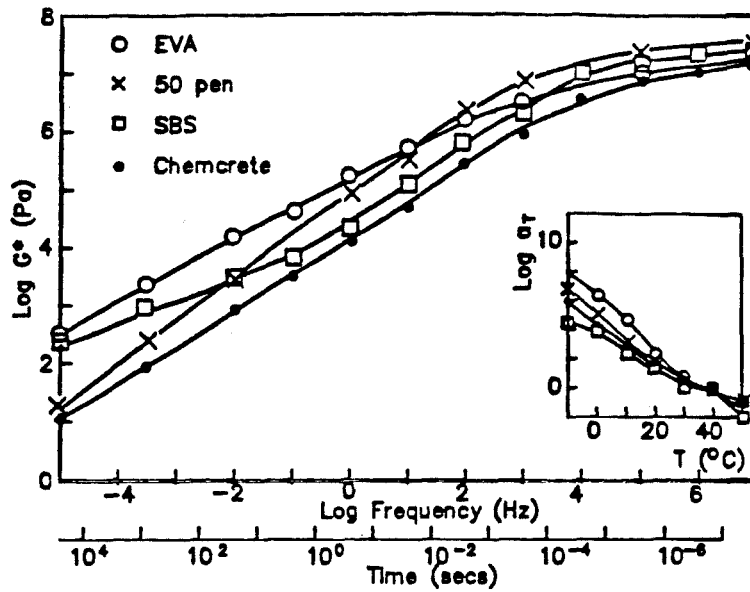


Figura 3.11 . Curvas maestras del módulo complejo para diferentes betunes obtenidas por superposición a partir del DMTA (Khalid y Davies, 1993)

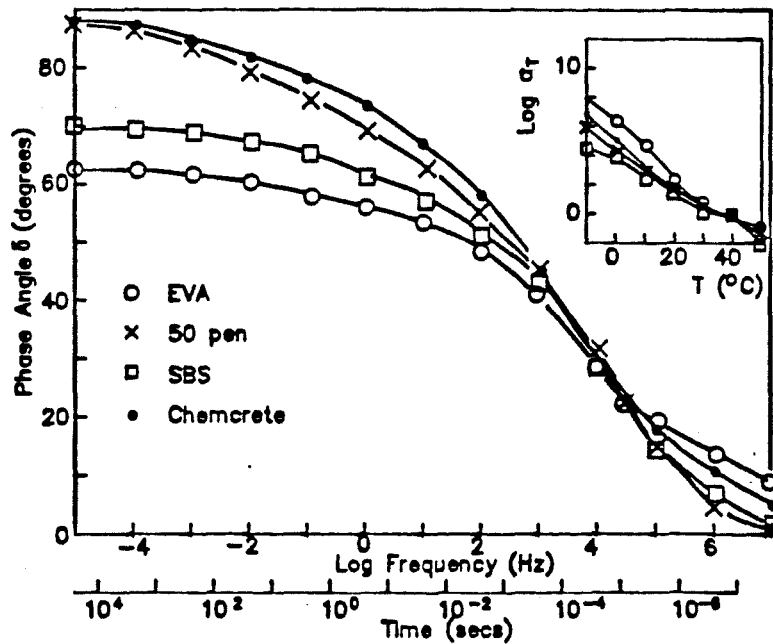


Figura 3.12. Curvas maestras del ángulo de fase para diferentes betunes obtenidas por superposición a partir del DMTA (Khalid y Davies, 1993)

La variación del coeficiente de traslación con la temperatura puede obtenerse empíricamente a partir de resultados experimentales [133]. No obstante, esta variación está bien descrita por la siguiente ecuación, denominada ecuación de Williams, Landel y Ferry:

$$\log a_T = -[C_1(T-T_0)]/[C_2+T-T_0]$$

donde  $C_1$  y  $C_2$  son dos coeficientes que dependen del material considerado y de la temperatura de referencia  $T_0$ , y pueden calcularse por un método de ajuste de mínimos cuadrados a partir de los coeficientes de traslación deducidos de resultados experimentales.

La principal ventaja de la aplicación del concepto de las curvas maestras es que la compleja dependencia de  $G^*$  sobre el tiempo de aplicación de carga y la temperatura ha sido separada en dos funciones: una, la curva maestra, sólo depende del tiempo de carga; la otra, las variaciones del coeficiente de traslación, sólo dependen de la temperatura. Ello permite evaluar las propiedades de los ligantes sobre una amplia escala de tiempos de carga y frecuencias, a partir de ensayos a varias temperaturas y cortas duraciones [72, 133].

Las figuras 3.11 y 3.12 muestran las curvas maestras para  $G^*$  y  $\delta$ , y los coeficientes de traslación evaluados por Khalid y Davies [72] mediante dos técnicas diferentes: un método empírico y la ecuación de Williams, Landel y Ferry, obteniéndose valores similares.

### 1.3 ADHESIVIDAD

Se denomina adhesividad a la adhesión del ligante al árido en presencia de agua. La adhesión es la fuerza por unidad de superficie que une las moléculas del ligante a las moléculas del árido. En la práctica, este concepto científico se ha sustituido por otro de tipo pragmático denominado adhesión mecánica: fuerza por unidad de superficie necesaria para romper la unión árido-ligante [103].

Para que se produzca la adhesión del ligante al árido es condición necesaria que éste lo moje adecuadamente; ello exige que el ligante tenga una baja viscosidad en el momento de su empleo, obtenida bien por calentamiento del material, por incorporación de disolventes volátiles o por emulsificación en agua. En el contorno de la superficie de contacto del ligante con el árido actúa un sistema de fuerzas -la tensión superficial del ligante, la tensión superficial del sólido y la tensión superficial en la zona de contacto- cuya resultante determina que el ligante moje o no al árido.

El contacto del betún y la piedra ha de ser lo más perfecto posible, sin interposición de materias extrañas, lo que implica que el árido esté limpio y seco. La presencia de polvo mineral aumenta la superficie a envolver por el betún, lo que disminuye el espesor de la película de betún alrededor del árido una vez conseguida la envuelta, perjudicando su resistencia al desplazamiento por acción del agua.

La adhesividad -adhesión del ligante al árido en presencia de agua- no es una propiedad exclusiva del ligante, sino que depende del conjunto árido-ligante: un mismo ligante presentará buena o mala adhesividad según el tipo o condiciones del árido que se utilice. Por eso, para estudiar correctamente el fenómeno, muy complejo, hay que considerar el trinomio árido-ligante-agua, pues hay efectos importantísimos de tensión superficial y de absorción selectiva que dependen tanto del betún como del árido.

De todas formas, dentro del término adhesividad se agrupan dos propiedades distintas [8]:

- la facilidad para que el ligante moje al árido: adhesividad activa,
- la resistencia que ofrece el ligante, una vez adherido al árido, a ser desplazado por el agua: adhesividad pasiva.

La envuelta y el mojado de los áridos se efectúa con el ligante fluido, mientras que la desenvuelta concierne al ligante viscoso. Por otra parte, para que se produzca la desenvuelta es necesario un trabajo suplementario debido al asimiento mecánico del ligante al árido. El ligante al mojar al árido se introduce dentro de sus oquedades y surcos superficiales aumentando su resistencia al desplazamiento [103].

Además de los factores físicos y fenómenos de superficie mencionados, aparecen también fuerzas y tensiones de tipo químico que influyen y modifican las condiciones de equilibrio. Los áridos ácidos, con un alto contenido en sílice en su composición, tienen una gran afinidad por el agua, lo que dificulta su adhesividad a los ligantes bituminosos. Los áridos básicos, con altos contenidos de óxidos alcalinos y alcalino térreos en su composición, son menos hidrófilos que los silíceos, presentando cierta atracción por los ácidos libres de los betunes y mejor adhesividad con los mismos.

Las fracciones absorbidas primero y más fuertemente, son las resinas de peso molecular más elevado y más fácilmente floculables [45]. Dado que los fenómenos de floculación y absorción tardan un cierto tiempo en producirse, si entrara en contacto el betún caliente con el árido frío, bajaría rápidamente la temperatura de aquél y se originarían tensiones en la superficie de contacto que tenderían a separar el árido y el betún. Para disminuir estas tensiones es por lo que se calienta el árido antes de mezclarlo con el betún. Al enfriarse éste, va adquiriendo la debida consistencia y, consecuencia de ello, el conjunto árido-betún la resistencia necesaria.

El fenómeno del desplazamiento, en el que el agua provoca una disminución de la ligazón entre el árido y el betún, es en definitiva el contrario de la adhesión. En el firme, existen diversos mecanismos que, actuando individual o conjuntamente, pueden producir la desenvuelta [52, 137]: separación, desplazamiento, emulsificación espontánea, presión intersticial y lavado hidráulico.

La separación se produce cuando la película de ligante, sin haberse roto de forma evidente, es separada de la superficie del árido por una fina capa de agua, implicando una pérdida completa de adhesión.

El desplazamiento es debido a la penetración del agua hacia la superficie del árido a través de las grietas de la película de betún, que pueden ser debidas a una envuelta inicial incompleta del árido o a una rotura de la película debida a las tensiones producidas por las cargas del tráfico.



Cuando la película de betún está sumergida en agua, ésta puede combinarse con el betún para formar una emulsión de tipo inverso en la que el betún representa la fase continua y el agua la discontinua, dando lugar al fenómeno de la desenvuelta, agravado por la presencia de emulsionantes como arcillas y algunos aditivos incorporados al betún. La formación de la emulsión da lugar a una pérdida de la adhesión cuando aquélla llega hasta la superficie del árido.

Las cargas debidas al tráfico pueden inducir presiones intersticiales excesivamente altas en el agua atrapada en los huecos de la mezcla, causando el desplazamiento de la película de ligante de la superficie del árido.

El lavado hidráulico sólo es aplicable a capas superficiales y se debe a la acción de los neumáticos de los vehículos sobre superficies saturadas. El agua es presionada hacia el interior del pavimento delante del neumático y succionada inmediatamente detrás del neumático, pudiéndose producir el desplazamiento.

De forma general, sobre el problema de la adhesividad y de la resistencia al desplazamiento existen una serie de conclusiones de una gran importancia práctica [103]:

- a) Como regla general, el mojado de un árido seco por un ligante bituminoso se realiza sin dificultad.
- b) También, como regla general, el mojado de un árido húmedo por un ligante bituminoso (sin la adición de agentes tensoactivos) no es posible.
- c) La película de ligante bituminoso que recubre el árido es, en general, desplazada por el agua. Pero, la velocidad de desenvuelta puede ser muy débil, e incluso nula, por oponerse la viscosidad y el asimiento mecánico del ligante, la compacidad de la mezcla que impide la penetración del agua, y las fuerzas de atracción de tipo químico entre el árido y el ligante.

Existe un gran número de procedimientos de ensayo para determinar la sensibilidad de una mezcla bituminosa a la acción del agua. La propia existencia de muchos métodos refleja su poca idoneidad para evaluar la adhesividad árido-ligante. El problema fundamental de todos los procedimientos es la escasa relación entre las condiciones reales y las que se utilizan en laboratorio, por lo que no existe, en general, una correlación entre los resultados de los ensayos y el comportamiento real.

Aunque existen procedimientos y ensayos para medir directamente la tensión interfacial y el ángulo de contacto entre un líquido y un árido en presencia de agua, éstos resultan difíciles y laboriosos cuando se emplean con ligantes bituminosos por su excesiva viscosidad a temperatura ordinaria. Por ello, en la tecnología de carreteras se emplean ensayos más rápidos y sencillos, basándose en uno de estos tres principios [103]:

- Medida indirecta del mojado: estimación de la desenvuelta.
- Medida de la adhesión mecánica.
- Evaluación de la adhesividad mediante ensayos mecánicos.

### **1.3.1 Ensayos basados en la estimación de la desenvuelta**

Este tipo de ensayos consiste en apreciar la desenvuelta producida por el agua en áridos previamente envueltos. Son ensayos sencillos y rápidos, de empleo generalizado en la caracterización de áridos y ligantes para riego con gravillas y mezclas de granulometría abierta.

**El ensayo de adhesividad a los áridos de los ligantes bituminosos en presencia de agua, NLT-166/76,** consiste en envolver los áridos limpios, en seco o bien en húmedo, con una determinada dotación de ligante y sumergirlos de 16 a 18 horas en agua a 25 °C (el ensayo se corresponde con la norma ASTM D 1664/80). La estimación de la desenvuelta es visual.

A partir de este principio común a todos ellos, existe una gran variedad de ensayos que se diferencian en el procedimiento empleado para acelerar o poner de manifiesto el efecto de desenvuelta del ligante por el agua: temperatura del agua, tiempo de inmersión, empleo o no de agitación, posible adición al agua de agentes químicos, etc., tablas 3.2 y 3.3.

**Tabla 3.2.** Ensayos estáticos para la determinación de la adhesividad árido-ligante a partir del fenómeno de desenvuelta (Pérez Jiménez)

ENSAYO	INMERSION EN AGUA		AGENTE QUIMICO	PROCEDIMIENTO DE ESTIMACION
	Duración	Temperatura (°C)		
TWIT	3 h	40		Visual
ASTM D 1664	16 - 18 h	25		Visual
LCPC	16 h	60		Visual
DIN 1996	24 h	18 - 24		Visual
Japón	30 min	80		Visual
Langlois	16 - 18 h	Ambiente		Espectro-fotometría
DDR-TGL	24 h	20 - 25		Visual
Noruega	24 h	Ambiente		Visual
Riedel-Weber	1 min	100	CO <sub>3</sub> Na <sub>2</sub>	Visual
Lyssikhina	3 min	100		Visual
Monteheva	30 min	100		Visual
Yugoslavia	30 min	100		Visual
Polonia	10 min	100		Visual
Gost	30 min	100		Visual
ASTM D 3625	1 min	100		Visual

**Tabla 3.3.** Ensayos dinámicos para la determinación de la adhesividad árido-ligante a partir del fenómeno de desenvuelta (Pérez Jiménez)

ENSAYO	TIEMPO DE INMERSION		TEMP (°C)	PROCEDIMIENTO DE ESTIMACION
	Sin agitación	Con agitación		
Nicholson		1 h	60	Visual
Mallison		24 h		Visual
Noruega		Variable		Visual
DDR-TGL	24 h	Variable	20 - 25	Visual
Méjico	16 - 20 h	1 h		Visual

Para eliminar la evidente subjetividad en la estimación de la desenvuelta, algunos procedimientos utilizan agentes químicos con objeto de cuantificar de forma indirecta la superficie de árido no envuelta. Un ejemplo es el procedimiento de ensayo SRT (*Surface Reaction Test*), Ford [52], en el que la superficie de árido no envuelta por el ligante tras la acción del agua se cuantifica añadiendo un reactivo adecuado al tipo de árido empleado. Este agente químico reacciona con la superficie del árido no envuelta, produciendo un gas que alcanza, al cabo de un tiempo fijo, una cierta presión en un recipiente cerrado. Esta presión se puede considerar proporcional a la superficie no envuelta, que se determina comparando dicha presión con la que se obtiene cuando se repite el proceso con árido sin envolver.

En el ensayo Riedel-Weber, NLT-355/74, se reduce el árido al tamaño 0,2/0,5 mm y se envuelve con el ligante en determinada proporción. Pequeñas cantidades del material envuelto se sumergen, en tubos de ensayo, en agua a ebullición durante un minuto. Si no hay desplazamiento se toman nuevas cantidades y se repite el ensayo, pero con soluciones de carbonato sódico de concentración creciente.

El índice de adhesividad Riedel-Weber es el número correspondiente a la menor de las concentraciones ensayadas con la que se produce un desplazamiento total del ligante de la superficie del árido.

El ensayo, por el procedimiento de realización, elimina el error personal. El hecho de tener que triturar el árido introduce una variable que no se ajusta a la realidad, ya que aparecen superficies nuevas prácticamente sin contaminación incluso de agua. La no utilización de todos los tamaños de árido supone una gran dificultad para evaluar la resistencia al desplazamiento para los finos de la mezcla. Por otra parte, las condiciones del ensayo no se parecen en nada a las condiciones de obra. No obstante, el ensayo es eficaz por su dureza, de forma que una buena adhesividad dada por el mismo se traduce normalmente en un margen de seguridad suficiente para la confección del proyecto.

Debido a los procedimientos empleados no es posible distinguir si una mayor superficie desenvuelta se debe a una adherencia insuficiente, por una incompatibilidad árido-ligante, o a un problema de desenvuelta debido a la acción del agua sobre una mezcla que ha alcanzado una adhesión adecuada durante la fabricación. Muchos ensayos se realizan con una temperatura de inmersión de 100 °C, lo que puede dar lugar a un escurrimiento del betún de la superficie del árido a la hora de apreciar visualmente la superficie desenvuelta, falseándose por tanto el resultado. Por último, todos estos ensayos se realizan con el material sin compactar, por lo que sólo reflejan la pérdida de adhesividad, no evaluando la pérdida de cohesión de la mezcla y, por tanto, la disminución que supone en la resistencia mecánica [99].

### **1.3.2 Ensayos basados en la medida de la adhesión mecánica**

La medida directa de la adhesión mecánica mediante la separación por tracción del ligante del árido es una técnica común en el estudio de polímeros. Esta técnica es difícil de emplear cuando se trata de ligantes bituminosos a causa de su viscosidad. No obstante, se puede tener una apreciación cualitativa de la adherencia y de la adhesividad árido-ligante estimando la resistencia que tienen las partículas del árido a desprenderse de una placa metálica donde han sido adheridas mediante el ligante.

Mediante el ensayo de adhesividad mediante la placa Vialit, NLT-313/87, se valora la adhesividad así como la resistencia al despegue o agarre que presenta la unión árido-ligante, tanto con áridos inicialmente en estado seco como en estado húmedo.

El ensayo consiste en incrustar cien gravillas calibradas sobre una película de ligante extendida en una placa metálica; una vez frío o curado el ligante, se coloca la placa invertida sobre tres apoyos horizontales y se la somete al impacto producido por la caída de una bola de acero, valorando el estado de las gravillas desprendidas y de las que han permanecido adheridas a la placa.

Terminado el ensayo se recogen todas las gravillas desprendidas y a continuación se observa la placa y se arrancan todas aquéllas que puedan desprenderse con la mano. El conjunto de todas las gravillas así recogidas, desprendidas y arrancadas a mano, se divide en dos grupos:

- a, número de gravillas no manchadas por el ligante,
- b, número de gravillas manchadas por el ligante,

definiéndose la adhesividad mediante placa Vialit, en porcentaje, como:  $100 - a$ .

Partiendo de este procedimiento general, pequeñas variaciones han dado lugar a los diferentes ensayos recogidos en la tabla 3.4. Estas diferencias hacen referencia al estado de los áridos, al procedimiento empleado en la colocación y compactación de las gravillas y a los procesos a que se somete la placa después del extendido del árido (sumergida en agua, sometida a la acción de un chorro, etc.).

Estos ensayos, aunque sencillos, presentan el inconveniente de una mala definición de la superficie de contacto árido-ligante. Al extender y colocar los áridos no podemos asegurar el total mojado de éstos en la zona de contacto, resultando la superficie de contacto completamente aleatoria.

Un segundo procedimiento dentro de este grupo de ensayos consiste en evaluar la adhesividad árido-ligante desprendiendo manualmente las gravillas y observando, en la zona de la gravilla que ha estado en contacto con el ligante, el porcentaje de superficie que ha quedado cubierta. Este tipo de ensayos, tiene el inconveniente de una mayor subjetividad, al estar basado en una apreciación visual.

**Tabla 3.4.** Ensayos para la determinación de la adhesividad árido-ligante basados en la valoración de la adhesión mecánica (Pérez Jiménez)

ENSAYO	PROCEDIMIENTO	ESTIMACION
Placa Vialit	Impacto	Número de gravillas desprendidas
Petroni-Nuñez	Cepillado	Porcentaje de peso perdido
Dickinson	Vibración	Porcentaje de peso perdido
Inmersion Tray Test	Manual	Visual
Australia	Manual	Visual

### 1.3.3 Evaluación de la adhesividad mediante ensayos mecánicos

Los procedimientos de ensayo de este tercer grupo están basados en la medida de una propiedad mecánica de la mezcla antes y después de sumergirla en agua durante un cierto periodo de tiempo. Pretenden evaluar indirectamente la adhesividad a partir de la resistencia conservada.

Estos métodos presentan la ventaja de dar resultados cuantitativos, pero, ciertamente, la falta de adhesividad no es el único parámetro que puede tener influencia en la disminución de la característica mecánica que estamos considerando. Puede ser debido al empleo de fillers hidrofílicos, de finos plásticos; influye también la compacidad de la mezcla, el porcentaje de ligante, la composición de la mezcla, etc. En realidad valoran la resistencia de la mezcla a la acción del agua, donde una de las posibles causas de deterioro puede ser la falta de adhesividad.

La mayoría de estos ensayos están basados en el procedimiento anteriormente indicado de medir una propiedad de la mezcla antes y después de sumergirla en agua:

- Medida de la estabilidad: **ensayo Marshall** (NLT-159/82); **ensayo Hubbard-Field** (NLT-160/73).
- Medida de la resistencia a compresión simple: **ensayo de inmersión-compresión** (NLT-162/84); **ensayo Duriez**; **ASTM D 1075/54**
- Medida de la resistencia a tracción indirecta: **procedimiento sueco**.

El resto, un pequeño grupo de ensayos, han sido desarrollados para valorar la resistencia de la mezcla ante la acción conjunta del tráfico y del agua:

- Ensayo de abrasión: **Probisa, Coyne, Langlois**.
- Ensayo **Inmersion Wheel-Tracking**.

Las condiciones de acción del agua varían mucho, intentando en todos los casos que las condiciones de laboratorio sean representativas de lo que ocurre en la realidad con una mezcla en servicio. La tendencia actual es saturar en vacío un grupo de probetas mientras están sumergidas en un baño de agua un cierto tiempo (acción 1). A la mitad de este grupo se le somete inmediatamente después a una posterior acción del agua (acción 2). Comparando la propiedad mecánica considerada de las probetas sometidas a la acción 1 con la de la mezcla en condiciones secas se puede obtener la sensibilidad de la mezcla a la acción del agua a corto plazo [99].

Las condiciones de la acción 1 varían mucho entre los distintos procedimientos existentes, así como su duración (entre 5 minutos y 1 hora). Las condiciones de la acción 2 son también muy variables, siendo usuales las de 1 día a 60 °C y las de 1 ciclo hielo-deshielo. La propiedad mecánica utilizada que ha presentado una correlación mejor con el comportamiento de la mezcla ha sido el módulo de rigidez en ensayo de tracción indirecta, aún no muy utilizada por la complejidad de su determinación.



## 1.4 DURABILIDAD

Los productos bituminosos utilizados en firmes de carreteras suelen estar compuestos por hidrocarburos de baja reactividad lo que juega a favor de su durabilidad; sin embargo, la tendencia que poseen los sistemas coloidales a gelificarse hace que se produzca un aumento de la dureza y fragilidad en estos materiales.

Durante el proceso de envejecimiento de un producto bituminoso, éste va perdiendo plasticidad y ganando viscosidad y dureza, a la vez que la cohesión va haciéndose mayor hasta alcanzar un máximo, correspondiente a una dureza crítica, a partir del cual la cohesión disminuye y el material va adquiriendo fragilidad llegando a ser incapaz de soportar esfuerzos bruscos o deformaciones rápidas. En este estado es incapaz de absorber tracciones y es fácil la rotura a partir de fisuras superficiales que irán progresando hacia el interior con el paso del tiempo.

El envejecimiento es un fenómeno complejo, en el cual existe una degradación y transformación de los componentes iniciales de cada ligante, perdiendo éstos sus propiedades, en el que influyen mucho las acciones, individuales o superpuestas, de los rayos ultravioletas del sol, el agua de lluvia, el calor, el aire, etc.

De todos los factores que pueden provocar el envejecimiento de un betún, Traxler [140], los que generalmente se tienen más directamente en cuenta para explicar el proceso de envejecimiento son:

- Evaporación de los productos más volátiles, asociada generalmente al envejecimiento a corto plazo durante el proceso de fabricación, puesta en obra y quizás el primer o segundo año de servicio.
- Oxidación o reacciones químicas entre los componentes del betún y el oxígeno, asociadas al envejecimiento a largo plazo durante el período de servicio.

Por tanto, la durabilidad se ve afectada, de forma más o menos importante, por la acción de las altas temperaturas debido fundamentalmente a la transformación de algunas moléculas sensibles y a la pérdida de componentes volátiles.

Aunque éste es un fenómeno superficial, se produce, generalmente, una pérdida de componentes volátiles en toda la masa del producto bituminoso, ya que, por un fenómeno de difusión, los aceites de la zona interior pasan a la exterior, con tendencia a uniformizar el contenido de aceite en todo el conjunto. Naturalmente, esta circulación de aceite es más lenta cuanto mayor sea la viscosidad de la masa.

El envejecimiento se produce también por oxidación; el oxígeno reacciona con la sustancia bituminosa, eliminándose parte del hidrógeno y del carbono en forma de  $H_2O$  y de  $CO_2$  respectivamente, acelerándose esta reacción por la acción de las altas temperaturas y el efecto catalizador de los rayos ultravioletas del sol; esta acción es mucho más peligrosa en productos que poseen componentes nafténicos.

La reacción de oxidación catalizada por la luz es mucho más rápida que la reacción térmica en oscuridad, pero debido a que el betún es un buen absorbente de la luz, la acción se reduce aproximadamente a las 5  $\mu m$  superiores de la capa expuesta. La reacción de oxidación térmica, más lenta, aparece como la principal causa de envejecimiento del betún dentro de la mezcla. La velocidad de esta reacción de oxidación térmica se dobla aproximadamente por cada 10 °C de aumento de la temperatura, por lo que la velocidad de envejecimiento en servicio depende del régimen de temperaturas del pavimento.

Además, la pérdida de componentes volátiles produce poros que son una vía de entrada de agua y del oxígeno atmosférico, que oxida ciertos componentes bituminosos, transformándolos en productos solubles en agua, que son disueltos y extraídos por ésta. Se producen así nuevos poros, acelerándose de este modo la desintegración del material, sometido a la acción de la intemperie.

En cualquier caso, el espesor de la película de ligante, interviene como factor muy importante en su envejecimiento. A las temperaturas usuales en el pavimento la reacción de oxidación no sólo será controlada por la reactividad del betún con el oxígeno, sino también por la velocidad de difusión del oxígeno en la película de betún, de manera que cuanto más pequeño es este espesor, más rápido es el proceso de envejecimiento. Por tanto, la velocidad de envejecimiento de un betún depende de su susceptibilidad al envejecimiento por reacción térmica con oxígeno, de su grado de exposición al aire en el pavimento (contenido de huecos de la mezcla) y del régimen de temperaturas del firme.

Existen métodos de ensayo de envejecimiento artificial acelerado en laboratorio que pueden dar una idea, más o menos acertada, de la durabilidad del material bituminoso. Unos, los más usados, se basan en envejecer películas finas de betún mediante algún procedimiento. Otros, someten a la mezcla, compactada o no, con el árido empleado en la práctica o con un árido tipo, a un determinado proceso para provocar el envejecimiento del betún.

En ambos casos, los procedimientos de ensayo utilizados buscan envejecer el betún mediante calentamiento (manteniendo una determinada temperatura durante un cierto tiempo), oxidación (la presencia de oxígeno a una determinada presión acelera las reacciones de oxidación y simula el envejecimiento a largo plazo) o tratamiento con rayos ultravioletas y/o infrarrojos (para acelerar las reacciones de tipo fotoquímico).

Los dos primeros procedimientos son los más empleados, tanto en betunes como en mezclas, aunque también existen cámaras de envejecimiento (*weatherometer*), que pretenden simular las condiciones climáticas de la carretera [41].

Los ensayos acelerados permiten comparar varios materiales y elegir el que mejor comportamiento presente, pero teniendo siempre en cuenta que el comportamiento real de un producto bituminoso puede ser muy diferente al deducido por un ensayo acelerado en laboratorio.

En el ensayo de pérdida por calentamiento de los materiales bituminosos, NLT-128/72, se determina la pérdida en peso, debida a la volatilización de los componentes más ligeros, excluida el agua, de los materiales bituminosos cuando son calentados en condiciones normalizadas. Una muestra de 50 g de betún se coloca sobre una placa giratoria (a 5 ó 6 rpm) y se le somete durante 5 horas a una temperatura de 163 °C. Finalizado el ensayo se determina la pérdida en peso que se ha producido.

La penetración sobre el residuo, en relación con la penetración original, da una medida del endurecimiento que se ha producido debido a la pérdida de materiales volátiles.

La determinación del efecto del calor y del aire sobre los materiales bituminosos en película fina, NLT-185/84, tiene por objeto someter al ligante a unas condiciones parecidas a las del proceso de fabricación en una central de mezclas bituminosas en caliente y evaluar así su envejecimiento inicial. En este ensayo, se somete durante 5 horas a una película fina de betún, de 3,2 mm de espesor, a una temperatura de 163 °C, midiéndose los cambios experimentados en sus propiedades físicas mediante la penetración y otros ensayos convencionales tales como punto de reblandecimiento A y B, viscosidad, ductilidad, etc., realizados antes y después del tratamiento. Así mismo, puede determinarse la variación de masa experimentada por la muestra durante el ensayo.

Ya se ha indicado que el ligante asfáltico aumenta su consistencia durante el mezclado y continua incrementando la misma después de su puesta en servicio. La experiencia demuestra que medir el grado de endurecimiento después del clásico ensayo de la pérdida por calentamiento, con un ensayo de penetración, tiene el mismo error conceptual que ésta última como medida de la consistencia [97]. Por tal razón, la medida de la consistencia del betún original y del sometido a envejecimiento en película delgada, a una temperatura determinada, debe hacerse determinando, en ambos casos, la viscosidad, pudiendo definir entonces el denominado índice de envejecimiento:

$$I_e = \eta_f / \eta_i$$

Dados sus fundamentos, la determinación del índice de envejecimiento o de incremento de consistencia, brinda un valor de mayor base científica que los obtenidos con los clásicos ensayos de penetración, ya que nos permite evaluar la viscosidad que habría que dar en las especificaciones, que debería ser la del producto en obra, después del mezclado y compactado, y no la del material original, que no ha experimentado calentamiento alguno.

A las temperaturas de ensayo (25 °C), para las cuales el betún envejecido tiene un comportamiento no newtoniano, los índices de envejecimiento basados en las viscosidades a velocidades de deformación constante a cortante disminuyen cuando aumenta esta velocidad [19]. Sin embargo, cuando el índice de envejecimiento se basa en viscosidades a tensión constante a cortante su valor es razonablemente independiente de la tensión seleccionada. Por tanto, es preferible este último método para evaluar el envejecimiento de betunes en términos de viscosidad.

Otros ensayos que utilizan el procedimiento de calentar una película fina de betún son [11]:

- TFOT (*Thin Film Oven Test*). Consiste en mantener a 163 °C una película de betún de 3 mm durante 5 horas.
- SMT (*Shell Microfilm Test*), en el que una película de 5 µm se mantiene a 107 °C durante 2 horas.
- RTFOT (*Rolling Thin Film Oven Test*). A la vez que van rotando, se insufla aire en botellas que contienen 35 g de betún, formando películas de 1,25 mm. Este proceso se realiza a 163 °C durante 75 minutos. Existen modificaciones, como la de Edler [41], que amplían la duración del ensayo hasta las 8 horas.

- RMFO (*Rolling Microfilm Oven Test*). Schmidt y Santucci [128] modificaron el RTFOT disolviendo el betún en benceno y permitiendo su evaporación. Esto hace que quede una película de betún de 20  $\mu\text{m}$ , que se ensaya a 99 °C durante 24 horas.
- TODT (*Tilt-Oven Durability Test*). Kemp y Predoehl [71] modificaron el RTFOT inclinando la estufa un ángulo de 1,06° para evitar la salida del betún de las botellas. El ensayo se realiza a 113 °C durante 168 horas.
- TFAAT (*Thin Film Accelerated Aging Test*). Es una modificación del RMFO con el fin de conseguir una mayor cantidad de muestra de betún envejecido tras el ensayo (4 g). Se utiliza una temperatura de 113 °C durante 72 horas. Este ensayo se desarrolló como fase previa a un segundo proceso de envejecimiento mediante oxidación en columna cromatográfica gaseosa a 130 °C durante 24 horas.

La estabilidad a la oxidación del betún es un parámetro importante desde el punto de vista de la puesta en obra. Los ensayos de oxidación buscan, en general, simular el envejecimiento que se produce durante la fabricación de la mezcla, dándose los resultados de los ensayos en términos relativos de penetración, temperatura anillo y bola o viscosidad (índice de envejecimiento), respecto a los valores que se obtienen con betún sin envejecer.

También se emplea la variación de diferentes características reológicas de mezclas con betún envejecido, tales como el módulo de rigidez, la resistencia a fatiga, la fluencia y la resistencia a tracción indirecta.

Respecto a los ensayos de fatiga con mezclas envejecidas es importante tener en cuenta el tipo de sollicitación. Con tensiones constantes se obtiene una mayor resistencia al envejecer el betún. Por tanto, para evaluar un efecto importante del proceso de envejecimiento como es la mayor fragilidad del betún, sería más interesante la realización de ensayos de fatiga con deformación impuesta. Para los ensayos de

tracción indirecta se puede hacer un comentario similar, siendo importante no sólo el aumento de resistencia sino también la disminución de la deformación de rotura.

La mayoría de los ensayos de durabilidad, como el TFOT y el RTFOT, proporcionan información sobre los efectos combinados de los cambios químicos irreversibles, como la oxidación del betún, y los fenómenos reversibles como la eliminación de las fracciones volátiles. Sin embargo, empleando un análisis termogravimétrico (ATG) se pueden estudiar individualmente estos efectos realizando dos ensayos por separado, uno en atmósfera de argón inerte (que permite tener en cuenta las variaciones de peso inducidas por la evaporación de productos volátiles) y otro en unas condiciones controladas de oxígeno (para los procesos de oxidación). Esta técnica ofrece ventajas tales como un tamaño de muestra muy pequeño (10 mg) y un tiempo de respuesta rápido, y permite obtener información acerca de la severidad de las condiciones de destilación del betún durante su fabricación, del riesgo de humos y/o pérdida de productos volátiles en la central asfáltica en caliente y de las velocidades relativas de oxidación para diferentes betunes a cualquier temperatura dada.

Es posible relacionar la severidad del envejecimiento acelerado en el laboratorio con el real en función del contenido de huecos de la mezcla en servicio. Comparando los resultados de los ensayos de envejecimiento acelerado en laboratorio con los del betún envejecido en la carretera (este envejecimiento incluye el ocurrido durante los procesos de fabricación y puesta en obra y el que se produce con la mezcla en servicio), Vallerga y Halstead [145] demostraron que el TFOT modificado (7 horas de duración) equivale aproximadamente de 11 a 13 años de envejecimiento para contenidos de huecos del 3 al 5%. Lo mismo se puede decir del TFOT modificado (9 horas de duración) para contenidos de huecos del 4 al 6%. El envejecimiento en servicio es menos severo que en laboratorio para contenidos de huecos menores y viceversa.

Analogamente, Lee [80] demostró que 46 horas de envejecimiento con el *Iowa Durability Test* (IDT), consistente en un ensayo TFOT con un tratamiento adicional de presión-oxidación sobre el residuo, equivalen a 60 meses de envejecimiento para las condiciones de Iowa, figuras 3.13 y 3.14.

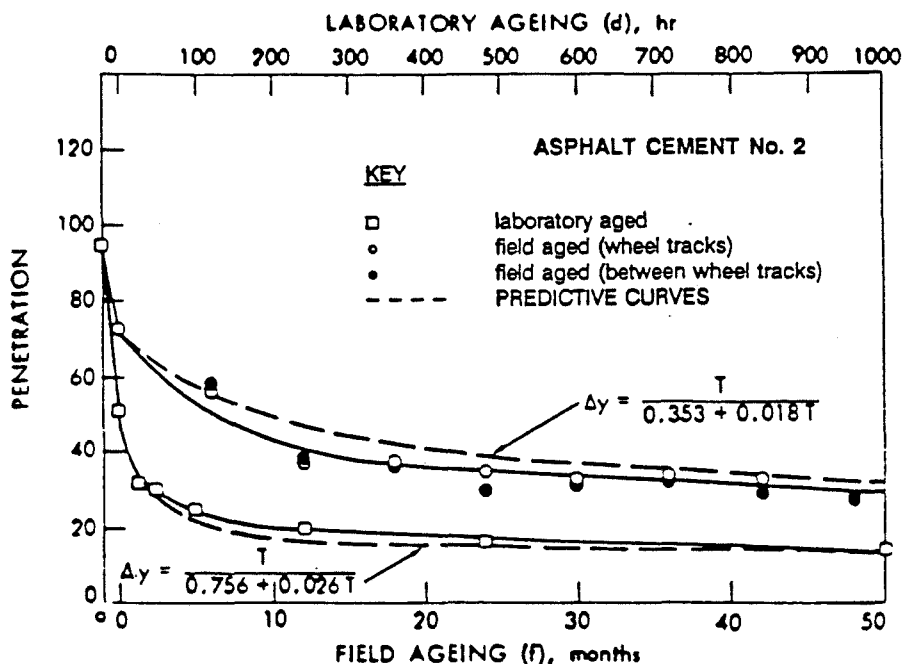


Figura 3.13. Evolución de la penetración con el tiempo de envejecimiento (Lee, 1973)

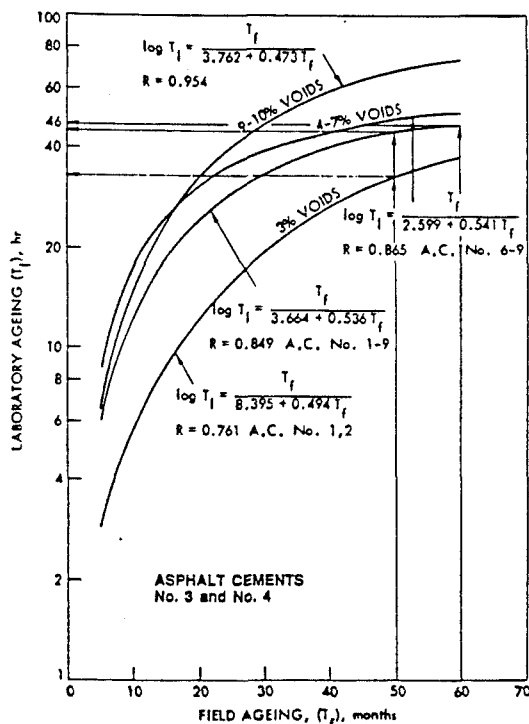


Figura 3.14. Equivalencia de tiempos de envejecimiento para distintos contenidos de huecos en mezcla (Lee, 1973)



Las transformaciones inducidas por el envejecimiento en la composición intrínseca de los betunes asfálticos se caracterizan principalmente por una disminución de los componentes cíclicos y un aumento de los asfaltenos (insolubles en n-heptano). No obstante, los componentes cíclicos no se transforman directamente en asfaltenos, sino que pasan por un estado de resinas antes de transformarse en asfaltenos, teniendo una configuración molecular diferente que los asfaltenos originales [19, 20].

La variación en la composición del betún puede determinarse por cromatografía en fase líquida de alto rendimiento (HPLC), controlada mediante espectrografía infrarroja. Comparando las diferencias de los contenidos de componentes cíclicos y de asfaltenos entre la costra superficial de 0,5 cm y el resto de una capa de rodadura de 5 cm de espesor, Choquet [20], se observa una disminución del contenido de cíclicos y de la relación cíclicos/resinas (C/R) en la costra superior, así como un aumento del contenido de asfaltenos y de la relación asfaltenos/cíclicos (A/C).

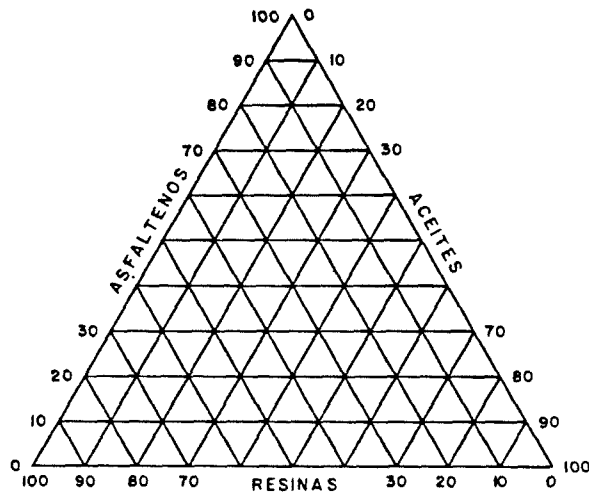
En dos de los tramos estudiados por Choquet, con una edad de 19 y 16 años, el contenido de cíclicos de los 4,5 cm inferiores está alrededor del 50% y la variación de este contenido entre los 0,5 cm superiores y los inferiores está entre el 9,6 y el 16,6% por debajo. Estos tramos poseen una reserva de cíclicos importante, lo que les hace resistir al envejecimiento. En cambio, en otros tramos el contenido de cíclicos es prácticamente el mismo en las dos zonas, pero el contenido de cíclicos es mucho menor (alrededor del 30%), lo que denota un envejecimiento mayor a pesar de ser a veces más jóvenes.

## 1.5 PROPIEDADES QUIMICAS

Un betún está constituido por la dispersión coloidal de moléculas fuertemente condensadas, los asfaltenos, en una fase oleosa, de peso molecular mucho más pequeño, los maltenos.

Por tanto, un betún está constituido por una fase asfáltica y otra malténica; ésta última podemos dividirla, a su vez, en dos: una fracción floculante o resinas, que

contiene moléculas parafínicas o nafténicas con un 25% de aromáticos, de largas cadenas laterales en el anillo, y otra peptizante o aceites que tienen la misión de disolver incluso a los asfaltenos. Según las características estructurales de un determinado betún, el tanto por ciento de los tres componentes varía, pudiendo representarse su composición en un diagrama triangular, figura 3.15 [97].



**Figura 3.15.** Diagrama triangular para la representación del análisis de componentes de un betún

Los betunes cuyo punto se sitúe en la parte derecha del diagrama son de tendencia newtoniana, mientras que los que aparezcan en el lado izquierdo son de carácter viscoelástico y, fundamentalmente, son empleados en la impermeabilización. Por tanto, con representar el punto correspondiente a un betún puro o modificado, se podrá observar si es o no útil para el fin que se propone.

Resulta interesante definir un parámetro único que represente la composición de un betún; para ello se puede hacer uso del coeficiente denominado Inestabilidad Coloidal, IC, que se define mediante la siguiente relación:

$$IC = (\text{Asfaltenos} + \text{Resinas}) / \text{Aceites}$$

Un aumento del coeficiente de inestabilidad coloidal lleva consigo mayores valores del punto de reblandecimiento, ductilidad y recuperación elástica; en cambio, disminuye su rotura Fraass y su susceptibilidad térmica [97].

Las propiedades de los betunes varían de manera continua con su composición; para un betún desconocido, el valor de IC da una idea de la zona en la que se encontrará, y por consiguiente, del orden de magnitud de las principales propiedades.

El estudio de la naturaleza química del betún, presenta grandes dificultades por la complejidad de su composición. Esta complejidad se debe al gran número de compuestos presentes, que por ser, en general, de alto peso molecular y con sustituciones de átomos de carbono por azufre, nitrógeno y oxígeno, hace posible la existencia de muchos isómeros. Por tanto, el aislamiento y caracterización de los distintos componentes, es algo tan irrealizable algunos autores llegan a afirmar que el tiempo necesario para poder aislar las distintas moléculas presentes en un petróleo, sería mayor que el que necesitó para formarse.

Asimismo, Hoiberg [62] dice que se sabe muy poco sobre la configuración química de las moléculas presentes en los betunes asfálticos, pero que ello no debe ser un obstáculo para poder entender y predecir el comportamiento de los materiales bituminosos.

Para poder abordar el estudio de la composición química del betún [144], se hace necesario comenzar por el empleo de métodos de fraccionamiento que permitan obtener mezclas más sencillas y, en general, más homogéneas, ya sea en composición, peso molecular, etc., a las que se aplicará posteriormente las técnicas fisicoquímicas, que sirvan para tratar de establecer su composición.

No obstante, existen algunos ensayos sencillos -disolución, destilación, exudación, calcinación-, utilizados fundamentalmente para controlar el producto, que permiten obtener, de forma rápida, cierta información sobre su composición química.

### 1.5.1 Solubilidad

Un betún puro es totalmente soluble en sulfuro de carbono, de aquí que la cantidad de residuo insoluble que quede al disolver un betún asfáltico en sulfuro de carbono indique las impurezas que contiene el mismo, NLT-129/72. Con la misma finalidad puede emplearse como disolvente de tricloroetano, NLT-130/84.

Como se ha indicado el ensayo permite determinar las impurezas que contiene un betún asfáltico. El betún disuelto en tricloroetano se filtra y el porcentaje de material retenido con respecto al peso inicial, indica la impureza del betún, que no debe ser superior al 0,5%.

La solubilidad en disolventes orgánicos sirve también para hacer ensayos de recuperación del ligante en mezclas bituminosas durante o después del periodo de construcción. La mezcla bituminosa disuelta en el disolvente se somete a la acción de un extractor centrífugo hasta que deja de salir líquido añadiendo nuevas dosis de disolvente hasta conseguir que éste salga totalmente limpio en cuyo caso la diferencia de peso entre el material inicial y el retenido dará la cantidad de betún soluble que contiene la mezcla considerada.

Por disolución en disolventes orgánicos puede determinarse la cantidad de carboides, carbonos, asfaltenos y maltenos que contiene un betún ya que los carboides son insolubles en sulfuro de carbono; los carbonos son solubles en sulfuro de carbono pero no lo son en tetracloruro de carbono; los asfaltenos son solubles en sulfuro de carbono y en tetracloruro de carbono pero son insolubles en éter de petróleo y los maltenos son solubles en los tres disolventes, es decir, en sulfuro de carbono, tetracloruro de carbono y éter de petróleo.

### 1.5.2 Contenido de agua

La determinación del eventual contenido de agua por destilación, NLT-123/84, sirve para garantizar la homogeneidad y transporte adecuados del producto. Al calentar un ligante con pequeñas cantidades de agua se formaría espuma, con el consiguiente aumento de volumen en las cisternas y posibles problemas en la envuelta de los áridos. La determinación del contenido de agua en los materiales bituminosos se realiza por destilación a reflujo de una muestra del material, juntamente con un disolvente volátil no miscible con el agua, el cual, al evaporarse, facilita el arrastre del agua presente, separándose de ella al condensarse. El máximo contenido de agua permitido en un betún asfáltico es del 0,2%.

### 1.5.3 Ensayo de la mancha

En este caso se persigue comprobar la homogeneidad del producto bituminoso, indicando si ha sufrido descomposición térmica (cracking) o si ha sido alterado por sobrecalentamiento durante o posteriormente al proceso de refino.

Una gota del producto a ensayar, mezclada con una nafta tipo, se deja caer en un papel de filtro; después de cinco minutos se examina la mancha por transparencia, preferiblemente a la luz del día. La uniformidad de la misma indica la del producto; cuando en la parte central aparece una mancha negra, rodeada de anillos de color más tenue, el producto es heterogéneo. Cuando la mancha es uniforme, debe repetirse el ensayo a las veinticuatro horas, con la misma disolución, y se considera el resultado homogéneo si éste se repite. Si diere resultado heterogéneo, debe a volverse a realizar el ensayo en su totalidad.

Si el ensayo de la mancha es positivo, puede determinarse el grado de heterogeneidad por medio del llamado "equivalente heptano-xileno", NLT-135/72, que indica el porcentaje mínimo en volumen de xileno necesario para hacer que la mancha sea negativa cuando se repite el ensayo con disoluciones heptano-xileno con contenidos crecientes de xileno.

#### 1.5.4 Punto de inflamación y combustión

La temperatura de inflamación o de ignición es la temperatura más baja a la cual los vapores que se desprenden en la superficie de un producto bituminoso se inflaman, cuando se les acerca periódicamente una llama a ésta y la temperatura del producto se va elevando de una forma lenta.

La temperatura de inflamación indica la temperatura crítica por encima de la cual deben tomarse precauciones en la manipulación y puesta en obra del material para evitar peligro de incendio. Muchos de los productos empleados en carreteras se manejan a temperaturas muy por debajo de la de inflamación, sin embargo, otros como los cutbacks se manejan a temperaturas superiores a las de inflamación existiendo por consiguiente peligro si no se toman precauciones que eviten en su proximidad chispas eléctricas, colillas de cigarrillos, o cualquier otro elemento que pueda dar una chispa o llama.

Para determinar la temperatura de inflamación de los materiales asfálticos se utilizan dos procedimientos: aparato Cleveland vaso abierto (NLT-127/84) y Tagliabue vaso abierto (NLT-136/85).

Ambos métodos son en principio semejantes: el producto bituminoso colocado en un recipiente apropiado, se somete a un incremento de temperatura de forma gradual. A medida que la temperatura se eleva, se pasa a intervalos determinados una pequeña llama directa sobre la superficie del material. Cuando se colecta una cantidad suficiente de elementos volátiles sobre la superficie del material calentado se produce su ignición.

El aparato Cleveland está especialmente concebido para productos de alto punto de inflamación; su recipiente metálico no permite medir esta característica en betunes - como, por ejemplo, los fluidificados- de punto de inflamación bajo. En cambio, el aparato Tagliabue calienta en un recipiente de vidrio por medio de un baño de agua.

La temperatura de inflamación es una medida indirecta de la cantidad y clase de elementos volátiles presentes en el producto bituminoso sometido a prueba.

Debido a que la temperatura de inflamación de un producto asfáltico está condicionada por la temperatura de ignición de los aceites ligeros que se evaporan en su superficie, una vez que éstos se han consumido se produce la extinción de la combustión; sin embargo, si la temperatura es más elevada se puede alcanzar la temperatura de combustión y el producto arde y se quema. Para determinar el punto de combustión, se continua el calentamiento hasta que se produce una ignición continua de 5 segundos como mínimo.

#### **1.5.5 Cenizas**

En los asfaltos naturales o en los betunes con proporción apreciable de impurezas, es conveniente determinar en éstas la proporción de materia inorgánica o cenizas. El procedimiento, NLT-135/72, consiste, en esencia, en calcinar la muestra en un crisol hasta peso constante. Hay que intepretar cuidadosamente los resultados, pues dependiendo de los productos extraños que contenga el betún, se pueden, en el proceso de calcinación, producir resultados que falseen la interpretación de la naturaleza de la materia mineral del producto.

#### **1.5.6 Análisis de componentes**

##### **Métodos de fraccionamiento**

Desde los trabajos de Richardson, a partir de 1905, que puso de manifiesto la existencia de las fracciones llamadas asfaltenos y maltenos, la separación de los primeros precipitándolos de la solución coloidal, por medio de hidrocarburos parafínicos de bajo peso molecular, constituye generalmente el paso previo en todos los trabajos de investigación.

Para determinar el contenido de asfaltenos de los materiales bituminosos, NLT-131/72, se trata una muestra con n-heptano a ebullición, separándose después por filtración la parte insoluble, constituida principalmente por asfaltenos y ciertas parafinas. Los constituyentes parafínicos de la fracción insoluble se extraen a reflujo con n-heptano, extrayéndose a continuación los asfaltenos con benceno caliente. El contenido de asfaltenos se define como el porcentaje en peso de material insoluble en n-heptano, pero soluble en benceno caliente.

Con ello se tiene aislada la fracción característica de los productos bituminosos, que, según la teoría coloidal desarrollada por Nellensteyn, constituye el núcleo de las micelas del sistema. En esta fracción se encuentran los compuestos de estructura más compleja, de más elevado peso molecular, de mayor carácter aromático y la mayor parte de los compuestos con azufre, nitrógeno y oxígeno.

Marcusson, en 1916, puso de manifiesto la existencia en los maltenos de dos tipos diferentes de compuestos: los aceites y las resinas asfálticas, que constituyen el medio dispersivo del sistema coloidal.

La dificultad del estudio de los asfaltenos debido a su gran complejidad, junto con la creencia de que se trataba de materiales de una gran uniformidad, encaminó las investigaciones hacia el conocimiento de los maltenos y de sus dos componentes fundamentales, aceites y resinas, de estructura más sencilla y cuya constitución química parecía determinar el comportamiento del sistema coloidal.

La gran variedad de métodos empleados para el fraccionamiento de los maltenos, pueden agruparse en seis tipos fundamentales [144]:

- Extracción con disolventes
- Destilación
- Adsorción
- Cromatografía
- Precipitación química
- Difusión térmica



En general no se utiliza una sola de estas técnicas, sino que es práctica normal el empleo sucesivo de varias de ellas.

La **separación por disolventes** es el método más antiguo y de más amplio empleo, por sí solo o formando parte de casi todos los procesos de fraccionamiento. Se basa en las diferencias de polaridad de los disolventes polares, o en las distintas tensiones superficiales de los no polares.

Mediante su empleo se consigue una separación, basada en el peso molecular y en la mayor o menor aromaticidad, pero la naturaleza y proporción de las fracciones separadas dependen, para un mismo sistema disolvente-betún, de las condiciones experimentales, tales como temperatura, grado de dilución, etc. El método más utilizado es el de Traxler-Schweyer.

El procedimiento de **destilación** ha sido empleado en diversos métodos, bien como separación previa, bien como separación secundaria de un proceso general, aunque presenta dos inconvenientes principales [144]: las altas temperaturas a que hay que someter el betún, debido a los puntos de ebullición elevados de sus componentes, pueden originar reacciones de cracking, alterando su composición, y las fracciones así obtenidas no son selectivas desde el punto de vista de su composición química.

El procedimiento de recurrir a la **adsorción** de algunos de los componentes en superficies sólidas, tales como tierra de infusorios, carbón animal o productos similares, ha sido una de las técnicas utilizadas en los primeros trabajos, hoy en día históricos, pero precursores de los métodos cromatográficos actualmente empleados. La tendencia actual es el empleo de adsorbentes artificiales de tamaño de poro determinado, llamados comercialmente tamices moleculares.

La **difusión térmica** es otro de los métodos de separación que está siendo empleado, con éxito, en el fraccionamiento de betunes. Se utiliza como última fase para la subdivisión de fracciones de características químicas homogéneas, de acuerdo con su configuración espacial o con su peso molecular.

El empleo de los **procedimientos cromatográficos** para el fraccionamiento de los productos bituminosos es una de las técnicas más empleadas, por lo que existe una gran variedad de métodos en la bibliografía, siendo la cromatografía sólido-líquido en columna la más usada.

Los distintos métodos se caracterizan fundamentalmente por la naturaleza del soporte sólido y la combinación de los eluyentes empleados [144]. En todos ellos se intenta, fundamentalmente, la separación de los compuestos saturados, aromáticos y polares.

El método cromatográfico más utilizado es el de Corbett-Swarbrick, aunque Goodrich [57] indica que la fracción de asfaltenos obtenida por este método es diferente a la de los otros procedimientos, lo que indica la separación por fraccionamiento no divide el betún en compuestos químicos únicos sino en grupos de compuestos similares.

Los métodos de fraccionamiento basados en la **precipitación química** han sido empleados desde antiguo. Se ha aplicado el ácido sulfúrico para precipitar maltenos y resinas; los álcalis, para separación de ácidos y anhídridos; el cloruro mercuríco, para la formación de complejos con compuestos conteniendo azufre o nitrógeno, y la urea, para la obtención de aductos con parafinas lineales.

El método químico más completo es el de Rostler-Sternberg, que emplea ácido sulfúrico a concentración creciente.

Valero e Hidalgo [144] indican que la desventaja de este tipo de métodos es que las fracciones precipitadas quedan más o menos alteradas y pueden no ser representativas para su empleo en ensayos posteriores.

### **Métodos fisicoquímicos de identificación**

Como ya se ha indicado, el fraccionamiento del betún tiene como objeto disponer para las determinaciones analíticas de muestras cuya composición sea más sencilla y homogénea, a las que se aplicarán posteriormente técnicas fisicoquímicas de identificación.

Los métodos empleados hasta ahora para acometer el estudio de la composición química de los betunes, son los siguientes [144]:

- Métodos clásicos de la química orgánica
- Determinación de constantes físicas
- Espectroscopía
- Rayos X
- Microscopía electrónica
- Magnetoquímica

Los métodos analíticos clásicos de la química orgánica, análisis elemental y funcional, son aplicados, normalmente, en todos los trabajos, especialmente el análisis elemental.

Las proporciones de C, H, S, N y O existentes en las fracciones, es un dato básico desde el punto de vista químico, pero insuficiente para deducir los tipos de compuestos presentes. El valor de la relación C/H nos indica una tendencia media de los tipos de hidrocarburos presentes, y las proporciones de S, N y O, la presencia de estos elementos.

El método de Watterman, conocido con el nombre de análisis de anillos, se aplica a fracciones de los maltenos, y consiste en la determinación estadística del número de átomos de carbono presentes en estructuras parafínicas, cicloparafínicas y aromáticas, independientemente de cómo estos grupos están unidos en las moléculas

presentes, con lo que los resultados obtenidos son más bien un análisis estructural de grupos presentes, mejorando el análisis elemental y sin alcanzar la identificación molecular.

El método tiene grandes limitaciones para su aplicación al ensayo de betunes [144], por las suposiciones sobre número de carbonos de los anillos, la forma de la condensación y, sobre todo, porque la presencia de S, N y O tiene una gran influencia sobre los resultados. Asimismo en los betunes, dada la presencia de estos elementos y la mayor complejidad de las moléculas presentes, la apertura de anillos y la rotura de cadenas es mucho más probable, con lo que el aumento de H en la muestra no se corresponde con el aumento del peso molecular.

La caracterización de los compuestos presentes en el betún, por medio de la **determinación de constantes físicas**, se basa en que la variación de estas propiedades, en los distintos términos de una serie homóloga, suele seguir una ley. Para un empleo correcto sería necesario conocer perfectamente las constantes de una serie de productos puros y poder predecir la de los homólogos desconocidos.

Entre las constantes físicas que han sido empleadas para fines de identificación, bien aisladamente, bien en combinación, se encuentran [144] la densidad, el índice de refracción, la refracción específica, el punto de anilina y el peso molecular.

La **espectroscopía infrarroja** se ha empezado a aplicar al estudio de los materiales bituminosos en época relativamente reciente. La absorción de la radiación infrarroja está íntimamente ligada con la naturaleza y la estructura molecular de los compuestos químicos, de tal manera, que una pequeña variación en dicha estructura supone siempre un cambio en el espectro infrarrojo [45]. Por otra parte, un mismo grupo funcional presenta siempre, en una región limitada de longitudes de onda, bandas de absorción características que, en una primera aproximación, pueden considerarse independientes del resto de la molécula. Dichas frecuencias características pueden, por lo tanto, ser utilizadas para la identificación de grupos funcionales.

El espectro de absorción infrarroja de una mezcla, es la superposición de los espectros de los constituyentes de la misma. Se comprende el interés que esta técnica presenta en el análisis cualitativo y cuantitativo, sobre todo cuando los componentes son isómeros que no pueden ser reconocidos por el análisis químico.

Además, la espectroscopía infrarroja puede aplicarse al estudio del envejecimiento de los betunes, analizando la variación de algunas bandas durante el envejecimiento; Greenfeld y Wrigth definen el llamado índice de carbonilo como la relación entre la variación de la absorción de la banda debida al grupo carbonilo, a  $1700\text{ cm}^{-1}$ , antes y después de someterlos al proceso de envejecimiento artificial.

Diversos investigadores han tratado de estudiar la estructura de betunes o de fracciones de los mismos, mediante la obtención de diagramas de **rayos X**. Los primeros trabajos de Nellesteyn y Pfeiffer tuvieron cierto interés, pero actualmente se ha dejado de aplicar esta técnica como método analítico.

También se ha tratado de aplicar la **microscopía electrónica** al estudio de la estructura de los betunes, pero los resultados poco alentadores obtenidos, han hecho abandonar esta técnica.

Durante los últimos años se ha empezado a aplicar la **resonancia magnética nuclear** y la **resonancia paramagnética electrónica** al estudio de la composición de los betunes [62]. Los trabajos más importantes sobre la aplicación de esta técnica son los de Chamberlam y Garner, y los resultados obtenidos pueden considerarse como prometedores.

## 2. CARACTERIZACION DE LIGANTES MODIFICADOS

Inicialmente, la caracterización de los betunes modificados con polímeros (BMP) se limitaba a aplicar los ensayos de uso generalizado para evaluar las propiedades de los betunes asfálticos convencionales: penetración, punto de reblandecimiento, punto de fragilidad Fraass, ductilidad y viscosidad a varias temperaturas [118, 121].

En general, la incorporación de un polímero a un betún produce una disminución de la penetración, y un aumento del punto de reblandecimiento y del índice de penetración. Respecto a los puntos de fragilidad Fraass, los BMP pueden mejorar o empeorar esta característica [119].

Las viscosidades de los BMP son generalmente superiores a las de un betún de similar penetración, lo que supone el empleo de mayores temperaturas de mezclado y compactación de las mezclas bituminosas fabricadas con estos ligantes. Por otra parte, las pendientes de las rectas viscosidad-temperatura de los BMP son menores que las de un betún puro, lo que indica que los BMP tienen una menor susceptibilidad térmica.

Los BMP tienen mayor cohesión y en consecuencia mayor ductilidad que los betunes normales, por lo que el ensayo de ductilidad debe hacerse a temperaturas más bajas (5 °C), pues de lo contrario no tendríamos capacidad para discriminar unos de otros. Las ductilidades a 5 °C son generalmente mayores que las que presenta un betún puro de similar penetración; esto significa que los BMP tienen mayor capacidad de deformarse sin rotura a bajas temperaturas.

No obstante, estos ensayos convencionales no son capaces de medir todas las mejoras introducidas por los polímeros en las propiedades del betún. Así pues, posteriormente, se han modificado y/o adaptado estos y otros ensayos, y se han desarrollado otros nuevos específicamente para evaluar sus nuevas propiedades (elasticidad, resistencia a la tracción) y su problemática específica (compatibilidad, estabilidad al almacenamiento).

## 2.1 COMPATIBILIDAD

La compatibilidad de los polímeros termoplásticos y la de los elastómeros con los ligantes hidrocarbonados, se puede estimar en función de los parámetros de solubilidad de Hildebrand, habiéndose establecido que un polímero es compatible con un ligante, obteniéndose un sistema estable, si tales parámetros son del mismo orden de magnitud. De esta forma se puede estimar la compatibilidad, siempre que se conozca la composición química del betún mediante fraccionamiento previo [119].

En general, los betunes de uso en carreteras son compatibles con los polímeros que presenten parámetros de solubilidad comprendidos entre  $16,6$  y  $17,6 \times 10^{-3}$   $(\text{J}/\text{m}^3)^{0,5}$ .

Para controlar la dispersión del polímero en el betún, relacionada estrechamente con la homogeneidad del producto, se emplea generalmente la **microscopía óptica de fluorescencia por reflexión**. Con esta técnica la muestra de BMP se ilumina con luz ultravioleta, emitiendo el polímero luz visible de mayor longitud de onda (fluorescencia), lo que permite observar la micromorfología de la muestra. La micromorfología de un BMP depende fundamentalmente del tipo y contenido de polímero, del método de fabricación de la mezcla y de la compatibilidad del betún y del polímero, por lo que esta técnica puede aplicarse para evaluar esta última característica, aunque actualmente el procedimiento no es cuantitativo.

## 2.2 ESTABILIDAD AL ALMACENAMIENTO

En los BMP pueden producirse, durante el almacenamiento a elevadas temperaturas, fenómenos de cremado o sedimentación según sea menor o mayor la densidad del polímero respecto a la del betún. Las causas de esta desestabilización son la incorrecta dispersión del polímero en el betún y/o la falta de compatibilidad de ambos componentes.

La mayoría de los procedimientos existentes para valorar este fenómeno consisten en mantener el BMP en una estufa durante un período de tiempo razonable y tomar muestras de la parte superior e inferior del recipiente, con objeto de determinar las diferencias de concentración de polímero entre ellas. Las diferencias entre los distintos procedimientos radican en la temperatura y tiempo de permanencia en la estufa, así como en el método para detectar la concentración de polímero [119].

El procedimiento puesto a punto por el **CEDEX**, NLT-328/91, consiste en un tubo metálico al que se transfieren 180 gramos de muestra, situándose en una estufa durante 5 días (120 horas) a 165 °C. Al cabo de este tiempo se toman 60 gramos de la parte superior y otros 60 de la parte inferior para determinación de la temperatura de reblandecimiento anillo y bola [124].

El **método de Zenke** o tubo de pasta de dientes constituye otro procedimiento sencillo y de bajo coste para valorar la estabilidad al almacenamiento. El ensayo consiste básicamente en mantener en un tubo de aluminio una muestra de betún durante 3 días a 180 °C. Para ello el tubo de pasta de dientes, de 30 a 40 mm de diámetro y 160 mm de altura mínima, se cierra por su extremo roscado, se le añade una cantidad de muestra de BMP fundido y homogéneo hasta que alcance una altura de 100 a 120 mm y se presiona suavemente la parte superior libre de betún, para expulsar el aire, dejando un tramo de tubo plano que sirva de cámara de expansión, enrollando el resto de la parte superior sobre sí misma.

El tubo, o los tubos si se desea disponer de mayor cantidad de muestra para análisis finales, se ponen verticales en un vaso que se introduce en una estufa a 180 °C. Después de 72 horas se sacan los tubos, se dejan a temperatura ambiente (en posición vertical) hasta que se enfrían, o se ponen 30 minutos a -20 °C para acelerar esta fase de enfriamiento. A continuación se pela la superficie del tubo, y la muestra que se encuentra solidificada se corta en tres partes iguales: inferior o fondo, central y superior. La parte central se desecha mientras que a la unión de las partes superiores e inferiores de los distintos tubos se les determina el punto de reblandecimiento. A veces pueden determinarse otras características tal como la penetración.



### 2.3 VISCOSIDAD

Los betunes de penetración son fluídos newtonianos a temperaturas de 60 °C o superiores. Esto quiere decir que cuando se determina su viscosidad a una temperatura determinada, el valor que se obtiene es independiente del gradiente de velocidad aplicado.

Los betunes modificados con polímeros no son fluídos newtonianos, salvo a temperaturas muy elevadas ( $\approx 180$  °C). La temperatura a la cual comienzan a ser newtonianos depende del tipo y cantidad de polímero.

Cuando se mide una viscosidad a una temperatura a la que el fluído no es newtoniano, el valor obtenido está muy influenciado por el gradiente de cizalla aplicado en el laboratorio y en la práctica por el gradiente ejercido por el tráfico sobre la película de betún que envuelve el árido, o por el gradiente al que está sometido durante la envuelta del árido en el tambor de la planta asfáltica. La influencia que tiene el gradiente aplicado sobre la viscosidad medida es tanto más acusado cuanto más modificado está el betún y más lejos se encuentra del comportamiento newtoniano [124].

En la figura 3.16, el BMP de grado 3 está más modificado que el de grado 2, y éste más que el de grado 1. Como puede observarse para el grado 3, la viscosidad obtenida según que el rotor del viscosímetro gire a 1,5 ó a 5 rpm, es de 1300 Pa.s ó 900 Pa.s.

Contrariamente a los betunes de penetración, los BMP no presentan una línea recta en el diagrama de Henkelom y la temperatura anillo y bola no corresponde a una penetración de 800. Esto implica que para obtener información sobre la viscosidad de un BMP a cualquier temperatura, hay que determinarla experimentalmente, sin que pueda obtenerse por interpolación o extrapolación.

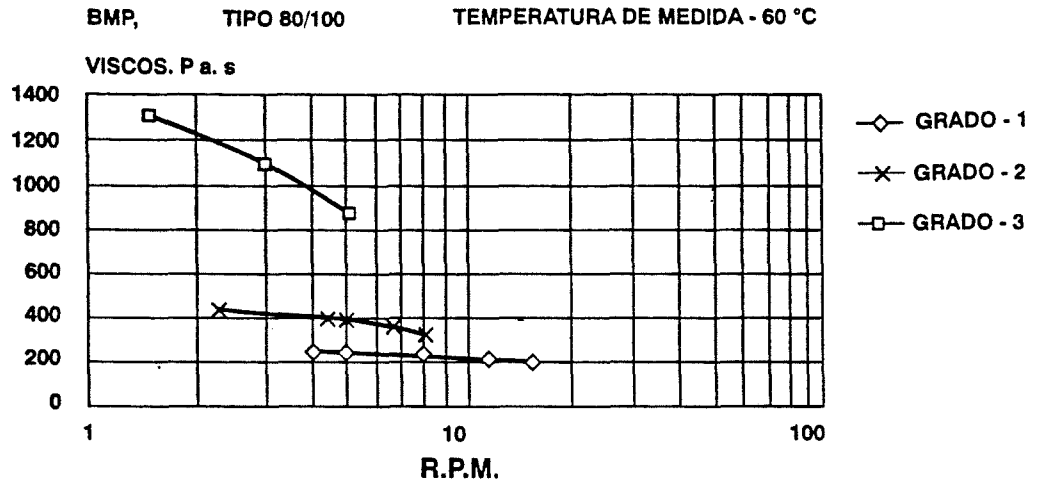


Figura 3.16. Curvas reológicas viscosidad-rpm (Sánchez Caba, 1992)

En los BMP sería deseable medir la viscosidad a tres temperaturas diferentes:

- 160 - 200 °C, temperatura representativa de la mezcla del betún y el polímero durante su fabricación.
- 130 - 160 °C, temperatura representativa de las condiciones de mezcla y compactación.
- 60 °C, representativa de las temperaturas más altas de servicio y de la resistencia a las deformaciones plásticas.

A 160 - 200 °C puede asumirse que algunos BMP son newtonianos y que la medida de la viscosidad puede realizarse con viscosímetros capilares (normas ASTM D 2270 y 2271). Estos equipos son sencillos, baratos y dan una excelente repetibilidad y reproducibilidad, si bien en ellos no puede variarse el gradiente de cizalla.

La medida a 130 - 160 °C, temperatura a la que algunos productos son ya no newtonianos, no puede hacerse con los viscosímetros capilares, debiendo recurrirse a viscosímetros rotacionales, en los que puede variarse a voluntad la temperatura y el gradiente de cizalla o rpm del rotor aplicadas.

La viscosidad a 60 °C debería de hacerse, por los altos valores esperados, del orden de  $10^7$  MPa.s, con un viscosímetro rotacional, de alto coste y de repetibilidad y reproducibilidad poco conocida. Por otro lado, el valor obtenido dependería de las revoluciones aplicadas al rotor, con lo que se desconocería su significado verdadero.

Para que las viscosidades a 60 y a 130 - 160 °C tuvieran algún significado real, tendrían que hacerse a los mismos gradientes de velocidad que se dan durante la compactación y bajo el efecto del tráfico.

En resumen, en los BMP, a las temperaturas de ensayo en que no son newtonianos (60 y 135 °C generalmente), nunca mediríamos viscosidades absolutas, sino sólo aparentes o dependientes del gradiente de cizalla o rpm aplicadas al rotor. Por otro lado, los viscosímetros de cono y placa (ASTM D 3205) y los viscosímetros rotacionales disponibles en el mercado -tipo Searle (vaso fijo y cilindro rotativo) y tipo Couette (cilindro fijo y vaso rotativo)- tienen un alto precio y una reproducibilidad insuficientemente establecida. Finalmente quedaría siempre la duda del significado real de una viscosidad obtenida en tales condiciones.

Ante todos estos inconvenientes, en la norma española no se ha incluido la determinación de la viscosidad, y se ha considerado el **ensayo del flotador**, NLT-133/72, que utiliza un equipo barato y fácil de operar. En este ensayo se miden los segundos que tarda el betún en ablandarse lo suficiente para permitir la entrada de agua en la copa del flotador. Con ello se dispone de un valor relacionado con la consistencia del producto, y por tanto indirectamente relacionado con la viscosidad, aunque no da información sobre su susceptibilidad térmica [124].

## 2.4 RESISTENCIA A LA TRACCION

Dado que una de las ventajas que aportan los polímeros a los betunes es el aumento de la cohesión, es importante considerar algún ensayo que determine la fuerza necesaria para producir una deformación en el betún.

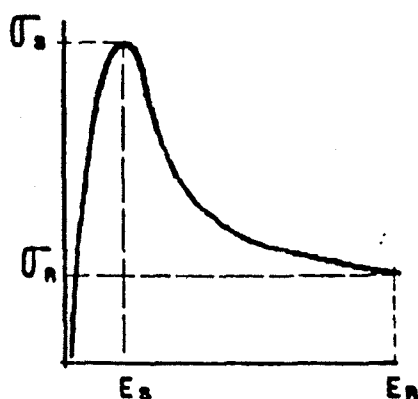
Para determinar esta propiedad existen varios procedimientos que tienen en común la utilización de equipos de uso poco generalizado, no existiendo correlaciones entre ellos.

#### 2.4.1 Ensayo de Tensión-deformación

Este ensayo se basa en el método de tracción de elastómeros, recogido en la norma ASTM D 412 ó UNE 53510. Dicho ensayo consiste en estirar en un dinamómetro, a velocidad constante, una probeta de dimensiones normalizadas hasta su rotura, anotando o registrando la fuerza ejercida sobre la probeta durante el ensayo y los alargamientos resultantes.

La resistencia a la tracción, en MPa, se obtiene como cociente entre la fuerza aplicada en Newtons y la sección recta inicial de la probeta ( $\sigma = F/A$ ).

El alargamiento unitario se obtiene por la fórmula  $\epsilon = [(L - L_0)/L_0] \times 100$  donde  $L_0$  es la distancia inicial entre mordazas y  $L$  la distancia en un momento dado. Representado la resistencia a la tracción frente al alargamiento se obtiene una curva como la de la figura 3.17.



- $\sigma_s$  = Tensión de fluencia (tensión máxima)
- $\epsilon_s$  = Alargamiento de fluencia (alargamiento para alcanzar la tensión máxima)
- $\sigma_R$  = Tensión de rotura
- $\epsilon_R$  = Alargamiento a la rotura

**Figura 3.17.** Resistencia a la tracción en función de la deformación (Sánchez Caba, 1992)

No obstante, no hay acuerdo respecto al tipo de probeta a utilizar ni a las condiciones de ensayo (temperatura, velocidad de tracción, etc.). El método Probisa [119] ensaya las probetas en un dinamómetro con una velocidad de tracción de 500 mm/min y a una temperatura de 20 °C, figura 3.18.

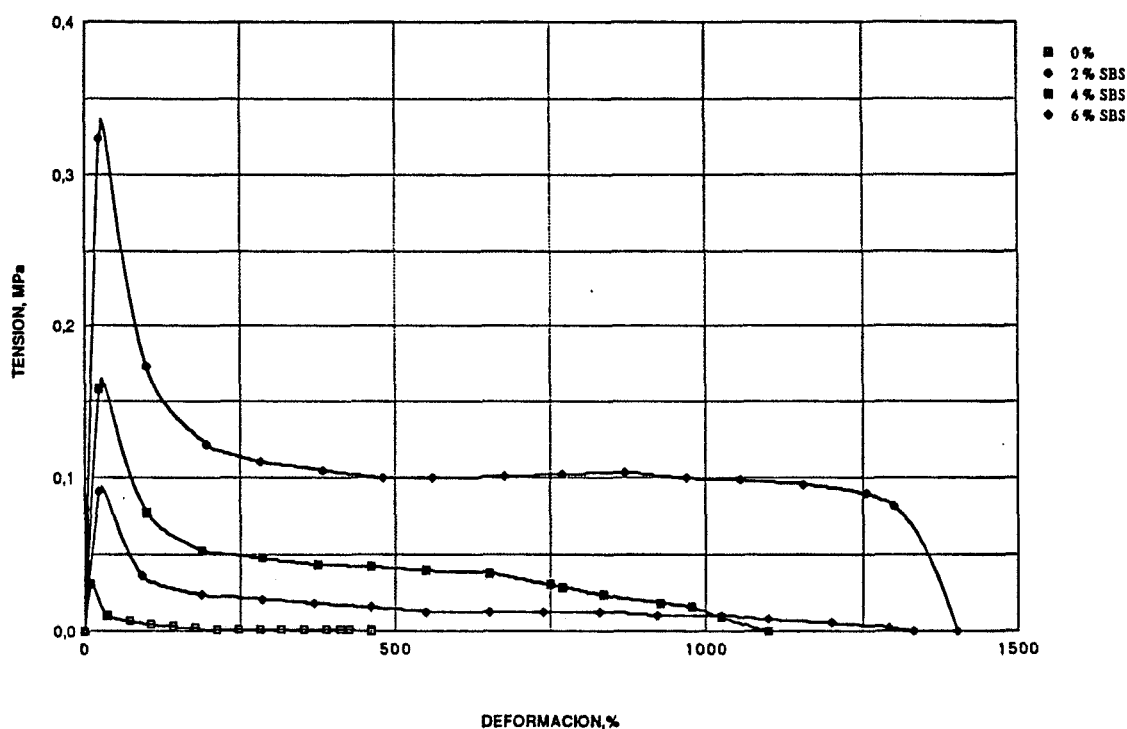


Figura 3.18. Diagramas tensión-deformación (Rubio, 1992)

#### 2.4.2 Ensayo de Fuerza-ductilidad (*Force Ductility*)

Este método es una modificación del ensayo de ductilidad para determinar, además del alargamiento, la fuerza ejercida sobre la probeta; se utiliza un ductilómetro al que se le acopla una célula de carga para poder medir simultáneamente la relación fuerza-elongación (ASTM D 113 modificado).

Verburg y Molenaar fijan unas condiciones de ensayo de 15 °C y una velocidad de estiramiento de 100 mm/min. Se pone en marcha el motor que actúa sobre la parte móvil, registrándose la fuerza ejercida en un registrador X-Y previamente calibrado. El ensayo finaliza cuando el hilo de betún se rompe, anotándose la fuerza en el pico inicial, la fuerza a la mitad de la elongación y la elongación a la rotura.

#### 2.4.3 Ensayo de tracción con máquina Instron (*Tensile Strength*)

Este es el tercer método para medir la fuerza de cohesión en los BMP. El equipo puede ser una máquina Instron o cualquier otra máquina normal extensiométrica (Denison, Zwick, Houndsfield, Nene, etc). Su uso es más amplio que el del ductilómetro si bien tiene el inconveniente de la regulación de la temperatura de trabajo, que exige una cámara climática.

El método ASTM D 412 utilizado en la industria del caucho con modificaciones en cuanto a temperatura, carga, etc., puede ser empleado [124, 125].

La representación de la fuerza de tracción ejercida frente a la elongación producida permite obtener curvas como las representadas en la figura 3.19.

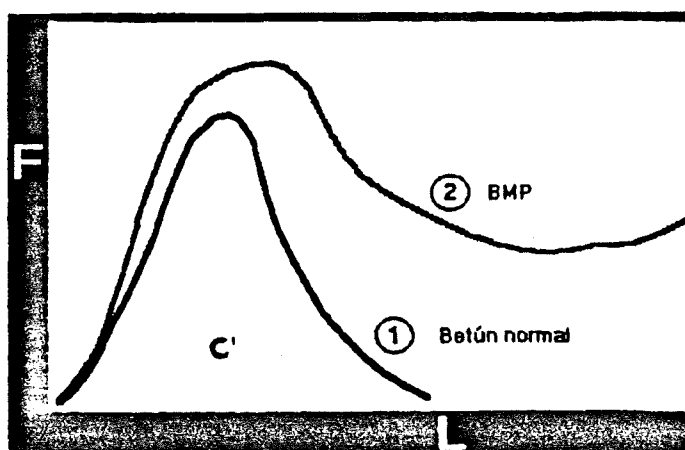


Figura 3.19. Ensayo de tracción (Sánchez Caba, 1992)

La forma de las curvas, al igual que para la fuerza-ductilidad, permite diferenciar los BMP de los betunes normales. Por otro lado el área C (cohesión) para un BMP es mayor que para un betún normal. El área puede ser cuantificada mediante un programa de ordenador.

#### **2.4.4 Tenacidad**

Este método fue desarrollado por Benson y se encuentra normalizado como CA-331 [119]. El ensayo consiste en registrar la curva fuerza-deformación cuando se desplaza una semiesfera metálica, que ha sido previamente sumergida en el BMP.

#### **2.4.5 Caída de bola**

Este método consiste en un ensayo a tracción a fuerza constante, producido por la caída libre de una bola de acero que ha sido parcialmente sumergida en el BMP. Se vierten 8 g de betún polímero en una caja cilíndrica y se coloca inmediatamente la bola con ayuda de un centrador. Se deja enfriar durante una hora a temperatura ambiente y a continuación se introduce este dispositivo en un baño termostatzado a 25 °C durante otra hora. Transcurrido este tiempo se coloca el conjunto con la bola hacia abajo en un soporte adecuado y se anota el tiempo que tarda la bola en desplazarse 30 cm [4, 30, 82].

### **2.5 ELASTICIDAD**

Los betunes modificados con algunos tipos de polímeros presentan una elasticidad mayor que los betunes de penetración.

Existen varios procedimientos para determinar la facilidad con que un BMP recupera su forma inicial después de haber sido sometido a una deformación. Entre los más utilizados se encuentran el método de torsión, el método del ductilómetro y el método del reómetro de placas deslizantes.

### **2.5.1 Recuperación elástica mediante dispositivo de torsión**

En este ensayo, NLT-329/91, se sumerge un disco, de dimensiones y pesos determinadas, en el ligante y se deja enfriar a temperatura ambiente. Después, mediante un dispositivo de torsión adecuado, se gira el disco 180° y se determina, después de 30 minutos, el ángulo recuperado por el disco, expresándose el resultado como el porcentaje de recuperación elástica por torsión:

$$R_{et} = (L/180) \times 100$$

siendo L el ángulo recuperado.

### **2.5.2 Recuperación elástica mediante el ductilómetro**

Este ensayo, descrito por King [75], consiste básicamente en someter la probeta empleada para la medida de la ductilidad a un estiramiento de 50 mm/min a 10 °C, hasta producir una elongación de 20 cm. Después del estiramiento, se para el ductilómetro y se mantiene la muestra en esta posición durante 5 minutos; a continuación se corta por la mitad el hilo de ligante y después de 30 minutos se mide la longitud, en cm, recuperada por el hilo, calculándose el porcentaje de recuperación elástica.

### **2.5.3 Recuperación elástica mediante el reómetro de placa deslizante**

En este ensayo una probeta prismática de ligante se somete a un esfuerzo cortante. Transcurrido un tiempo determinado se elimina la carga, expresándose el resultado como porcentaje de deformación recuperada respecto a la original.

## **2.6 ADHESIVIDAD A LOS ARIDOS**

La adhesividad de los BMP se valora con los métodos utilizados para los ligantes tradicionales, es decir, mediante la adhesividad elemental y la placa Vialit. En general, la adhesividad pasiva de los BMP es superior a la de los betunes sin modificar.



## 2.7 RESISTENCIA AL ENVEJECIMIENTO

El envejecimiento de los BMP es de fundamental importancia para evaluar su comportamiento, ya que los polímeros pueden degradarse por acción del oxígeno y de la temperatura, con la consiguiente pérdida de propiedades.

Los ensayos convencionales de envejecimiento en película fina (TFOT), película fina y rotatoria (RTFOT) o evaporizador rotatorio (DIN 52106) son los métodos más utilizados.

## 2.8 COMPOSICION

La identificación del tipo y proporción de polímero que lleva incorporado un betún modificado, no es suficiente para evaluar su calidad, porque hay otras variables, tales como la composición química del betún de partida y el método de fabricación, que condicionan en gran parte las propiedades del betún modificado.

No obstante, la determinación del tipo y contenido de polímero de un BMP puede ser útil como control en aquellos casos en que existan dudas sobre el tipo de polímero incorporado o sobre su correcta dosificación en el ligante, o bien para garantizar la regularidad de su suministro.

Las técnicas analíticas clásicas empleadas para identificar polímeros en betunes modificados -índice de iodo, extracción o precipitación selectiva con disolventes-, son laboriosas y específicas para cada polímero, teniendo además en algunos casos, dudosa fiabilidad [54].

Por ello, el análisis de la composición de betunes modificados se viene realizando mediante espectroscopía infrarroja y cromatografía de geles permeables.

### **2.8.1 Espectroscopía infrarroja (IR)**

Las bandas de absorción en el infrarrojo de una sustancia son características de ella y corresponden a vibraciones de las moléculas que lo componen. La frecuencia a que aparecen estas bandas permite identificar los grupos funcionales presentes, mientras que su intensidad (absorbancia) está relacionada con la concentración de aquellos.

El espectro IR de un betún modificado presentará las bandas típicas del betún y del polímero adicionado, por lo que se podrán identificar aquellos polímeros cuyas bandas no se solapen con las del betún.

También es posible la determinación de la cantidad de polímero de un betún modificado realizando la medida de la intensidad de una de las bandas características y calculando la cantidad de polímero mediante la obtención de una recta previa de calibrado, representando la absorbancia de dicha banda para proporciones crecientes de polímero.

### **2.8.2 Cromatografía de geles permeables (GPC)**

La cromatografía de geles permeables es un tipo de cromatografía líquida en el que la fase estacionaria está constituida por geles permeables de tamaño de poro determinado. Este método permite la separación por tamaños moleculares de una muestra, cuando se pasa, en disolución, por una o varias columnas de geles. Así en una mezcla de betún-polímero, el polímero, que tiene mayor peso molecular, eluirá en primer lugar, mientras que las moléculas de betún penetrarán en los poros y serán eluidas más tarde.

El empleo de esta técnica para la identificación de betunes polímeros se realiza generalmente con fines cuantitativos y exige, al igual que con la espectroscopía IR, la obtención de una curva previa de calibrado, en la que se represente el área o altura del pico correspondiente al polímero frente a la concentración del mismo.

La cromatografía de geles permeables y la espectroscopía IR [54] son dos técnicas adecuadas y rápidas para determinar el contenido de polímero de un BMP; pero es necesario disponer físicamente de dicho polímero para obtener la correspondiente curva de calibrado.

### **3. ESPECIFICACIONES**

#### **3.1 ESPECIFICACIONES PARA BETUNES ASFALTICOS**

Es evidente la necesidad de unas especificaciones que intenten relacionar las propiedades físico-químicas de los ligantes bituminosos con la bondad de su posterior comportamiento en carretera. Pero en la mayor parte de las especificaciones existentes actualmente para betunes, únicamente se contemplan una serie de ensayos aislados, principalmente con fines clasificatorios, que no siempre son capaces de detectar ciertas características de comportamiento del producto que lo pueden hacer indeseable en determinadas condiciones.

Krom y Dormon [78], que han estudiado un total de 25 especificaciones para betunes, han encontrado no menos de 30 ensayos distintos entre ellas, de los cuales sólo una, la penetración a 25°C, es común a todas. En la mayor parte de estas especificaciones, sin embargo, se incluyen el punto de reblandecimiento anillo y bola y la temperatura Fraass, lo que permite obtener una información adicional sobre las propiedades de la mayoría de los betunes.

Las actuales especificaciones españolas (1988) establecen seis tipos de betunes, definidos por las penetraciones mínima y máxima, que no cubren una gama continua de penetraciones, restringiéndose a solamente 10 unidades de penetración los intervalos de los betunes más duros, tabla 3.5 [22, 95, 111]. Con ello se pretende delimitar de una forma más concreta y racional una característica tan fundamental de los betunes como es su consistencia, evitando al mismo tiempo la existencia de unos materiales con

penetraciones excesivamente amplias para el papel que las nuevas técnicas imponen en la actualidad a estos materiales. Por otro lado, estos criterios de discontinuidad son generales ya en bastantes países y están, igualmente, dentro de las recomendaciones de Eurobitume.

**Tabla 3.5.** Especificaciones españolas para betunes asfálticos (MOPU, 1988)

CARACTERISTICAS	UNIDAD	NORMA DE ENSAYO	B-20/30		B-40/50		B-60/70		B-80/100		B-150/200		B-200/300	
			Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.
<b>Betún original</b>														
Penetración (25 °C, 100 g, 5 s)	0,1 mm	NLT-124/84	20	30	40	50	60	70	80	100	150	200	200	300
Índice de penetración		NLT-181/84	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1
* Punto de reblandecimiento (A y B)	°C	NLT-125/84	57	69	52	61	48	57	45	53	38	45	34	41
Punto de fragilidad Fraass	°C	NLT-182/84		0		-4		-8		-10		-15		-20
Ductilidad (5 cm/min)		NLT-126/84												
a 25 °C	cm		50		70		90		100		100			
a 15 °C	cm												100	
Solubilidad en 1,1,1-tricloroetano	%	NLT-130/84	99,5		99,5		99,5		99,5		99,5		99,5	
Contenido de agua (en volumen)	%	NLT-123/84		0,2		0,2		0,2		0,2		0,2		0,2
Punto de inflamación v/a	°C	NLT-127/84	235		235		235		235		220		175	
* Densidad relativa, 25 °C/25 °C		NLT-122/84	1,00		1,00		1,00		1,00		1,00		0,99	
<b>Ensayos sobre el residuo de película fina</b>														
Variación de masa	%	NLT-185/84		0,5		0,8		0,8		1,0		1,4		1,5
Penetración (25 °C, 100 g, 5 s)	% pen.orig	NLT-124/84	60		55		50		45		40		35	
* Aumento Punto de reblandecimiento (A y B)	°C	NLT-125/84		7		8		9		10		11		12
Ductilidad (5 cm/min)		NLT-126/84												
a 25 °C	cm		35		40		50		75		100			
a 15 °C	cm												100	

\* Valores orientativos

La principal novedad de estas especificaciones es la de contemplar ensayos tanto sobre el betún original como sobre su residuo después del ensayo en película fina, proceso éste que permite valorar los efectos que sobre el betún se producen durante la operación de mezclado en caliente. Tanto el ensayo en película fina como el más energético llamado rotatorio, son mucho más representativos que el de pérdida de masa por calentamiento, que en la actualidad, y a causa de los modernos procesos de obtención del betún por destilación al vacío y altas temperaturas, es escasamente representativo y práctico. En cualquiera de ellos se mide la pérdida de volátiles, penetración, viscosidad, punto de Fraass, o cualquiera otra magnitud que nos pueda interesar conocer su variación antes y después del ensayo [94].

La filosofía que ha conducido a estas especificaciones ha sido la de pretender un mejor conocimiento del ligante que realmente queda en el firme al comienzo de la vida de servicio de la mezcla en el pavimento. En la elección de los límites exigidos para estos nuevos ensayos se han tenido en cuenta tanto las especificaciones internacionales, tabla 3.6, como la experiencia en este campo de los fabricantes españoles. Por otro lado, este tipo de especificación betún original/residuo película fina, está en la línea seguida actualmente por numerosas especificaciones extranjeras y dentro de las recomendaciones de organismos internacionales como Rilem, Eurobitume, etc.

**Tabla 3.6.** Especificaciones americanas para betunes asfálticos (ASTM D 946-86)

CARACTERISTICAS	UNIDAD	NORMA DE ENSAYO	GRADOS DE PENETRACION									
			40-50		60-70		85-100		120-150		200-300	
			Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.
Penetración a 77 °F (25°C), 100 g, 5 s	0,1 mm	ASTM D5	40	50	60	70	85	100	120	150	200	300
Punto de inflamación, Cleveland v/a	°F	ASTM D92	450	-	450	-	450	-	425	-	350	-
Ductilidad a 77 °F (25 °C), 5 cm/min	cm	ASTM D113	100	-	100	-	100	-	100	-	100*	-
Solubilidad en tricloroetileno	%	ASTM D2042	99,0	-	99,0	-	99,0	-	99,0	-	99,0	-
Penetración conservada tras TFOT	%	ASTM D1754	55+	-	52+	-	47+	-	42+	-	37+	-
Ductilidad a 77 °F (25 °C), 5 cm/min, tras TFOT	cm	ASTM D113	-	-	50	-	75	-	100	-	100*	-

\* Si la ductilidad a 77 °F (25 °C) es menor que 100 cm, el material será aceptado si la ductilidad a 60 °F (15,5 °C) es de 100 cm como mínimo.

Otras modificaciones con respecto a las especificaciones de 1976 hacen referencia a la medida de la ductilidad a 15 °C para el betún B-200/300 (incluido con vistas a su posible utilización en procesos de reciclado de pavimentos), tanto en el original como en el residuo, la sustitución del disolvente tricloroetileno por el menos tóxico 1.1.1-tricloroetano, siguiendo las recomendaciones del Instituto de Higiene y Seguridad en el trabajo, así como la inclusión, por motivos de seguridad, del punto de inflamación Cleveland. Finalmente, la inclusión con carácter orientativo del ensayo de punto de reblandecimiento anillo y bola tanto en el original como en el residuo, lo ha sido para que pueda servir como acopio de datos con vistas a una futura especificación, que comprende la revisión de alguno de los ensayos.

Una faceta no contemplada en las especificaciones es su comportamiento formando parte de las mezclas, la que una vez extendida y compactada deberá poseer la estabilidad suficiente para no sufrir deformaciones plásticas apreciables en épocas calurosas. El factor primario que gobierna este comportamiento es, evidentemente, su composición (granulometría y porcentaje de ligante), pero fijada ésta, es fundamental la viscosidad del betún, por lo que su conocimiento a la temperatura de servicio es de la mayor importancia en la prevención de este tipo de fenómenos, principalmente en países de climatología extrema como el nuestro. En general, la temperatura admitida para la medida de esta viscosidad suele ser la de 60 °C [93].

Recientemente, en los Estados Unidos se han empezado a imponer ya algunas especificaciones que incluyen estos ensayos; así, por ejemplo, las nuevas especificaciones AASHO para betunes recogen, y los clasifican, por su viscosidad a 60 °C, exigiendo, además, límites mínimos para la viscosidad a 135 °C.

Para suplir estas deficiencias se suele recurrir a la realización de algunos ensayos complementarios, especialmente destinados en cada caso a estudiar el comportamiento de este material en determinadas condiciones de trabajo o servicio. Estos ensayos se pueden realizar bien sobre el betún puro o bien sobre la mezcla en la que entre como aglomerante; entre los primeros está la determinación de penetraciones a diversas temperaturas, para medir susceptibilidades; entre los segundos están el ensayo en pista y la máquina giratoria, a cargas y temperaturas diversas, como medida de la deformación plástica de las mezclas.

Si se analizan las características requeridas en el momento actual en los distintos países nos encontramos con una gran dispersión de solicitudes, que van desde los que poseen unos requerimientos más estrictos como puede ser España, Alemania o los países Escandinavos, tabla 3.7, cuyos betunes cumplen generalmente con las especificaciones de los países de su entorno, a los que poseen unos requerimientos más reducidos como puede ser el caso de Inglaterra, Portugal o Francia, tabla 3.8. Uniformar los criterios de todos los países es sin duda una difícil tarea, ya que en base a los conocimientos científicos que se poseen en la actualidad, se tiene que vencer tanto las inercias al cambio, como los intereses comerciales que puedan surgir.

Tabla 3.7. Especificaciones alemanas para betunes asfálticos (DIN 1995)

CARACTERISTICAS	UNIDAD	NORMA DE ENSAYO	TIPOS DE BETUNES				
			B 200	B 80	B 65	B 45	B 25
Penetración (25 °C, 100 g, 5 s)	0,1 mm	DIN 52 010	160-210	70-100	50-70	35-50	20-30
Punto de reblandecimiento (A y B)	°C	DIN 52 011	37-44	44-49	49-54	54-59	59-67
Punto de fragilidad Fraass máx.	°C	DIN 52 012	-15	-10	-8	-6	-2
Cenizas máx.	%	DIN 52 005	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Contenido de insolubles en tricloroetano máx.	%	DIN 52 014	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Contenido de insolubles en ciclohexano salvo cenizas máx.	%	DIN 52 014 DIN 52 005	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Ductilidad		DIN 52 013					
a 7 °C mín.	cm		-	5	-	-	-
a 13 °C mín.	cm		-	-	8	-	-
a 25 °C mín.	cm		-	-	-	40	15
Parafina máx.	%	DIN 52 015	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Densidad relativa a 25 °C mín.	g/cm3	DIN 52 004	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
Pérdida de masa tras calentamiento máx.	%	DIN 52 016	1,50	1,00	0,80	0,80	0,80
Aumento del Punto de reblandecimiento tras calentamiento máx.	°C	DIN 52 016 DIN 52 011	8,0	6,5	6,5	6,5	6,5
Disminución de la Penetración tras calentamiento máx.	%	DIN 52 016 DIN 52 010	50	40	40	40	40
Ductilidad tras calentamiento		DIN 52 016					
a 7 °C mín.	cm	DIN 52 013	-	2	-	-	-
a 13 °C mín.	cm		-	-	2	-	-
a 25 °C mín.	cm		-	-	-	15	5

Tabla 3.8. Especificaciones francesas para betunes asfálticos (NF T 65-001, 1987)

CARACTERISTICAS	NORMA DE ENSAYO	GRADOS DE PENETRACION				
		180/220	80/100	60/70	40/50	20/30
Punto de reblandecimiento (°C)	NF T 66-008	34-43	41-51	43-56	47-60	52-68
Penetración a 25 °C, 100 g, 5 s (0,1 mm)	NF T 66-004	180-220	80-100	60-70	40-50	20-30
Densidad relativa a 25 °C (g/cm3)	NF T 66-007	1-1,07		1-1,10		
Pérdida de masa por calentamiento (%)	NF T 66-011	< 2		< 1		
Penetración conservada tras calentamiento (%)	NF T 66-004	> 70				
Punto de inflamación Cleveland (°C)	NF T 60-118	> 230			> 250	
Ductilidad a 25 °C (cm)	NF T 66-006	> 100		> 80	> 60	> 25
Solubilidad en tetracloroetileno (%)	NF T 66-012	> 99,5				
Contenido de parafina (%)	NF T 66-015	< 4,5				

No obstante, el establecimiento del mercado único europeo, comporta la necesidad de armonizar los requerimientos que se solicitan del betún, de manera que se facilite la interacción de los mercados.

Las propuestas de nuevas especificaciones elaboradas por el grupo de trabajo WG1 del Comité Europeo de Normalización (CEN) incluirían el ensayo de penetración a 15 y 25 °C, el punto de reblandecimiento, la viscosidad a 60 y 135 °C, la resistencia al envejecimiento evaluada mediante los ensayos de calentamiento en película fina, película fina y rotatoria y rotavapor, la solubilidad y el punto de inflamación, eliminando el ensayo de ductilidad (en general, todos los betunes lo cumplen), el IP (la penetración y el punto de reblandecimiento definen suficientemente la reología de un betún) y el punto de fragilidad Fraass por su escasa repetibilidad y reproducibilidad, tabla 3.9.

**Tabla 3.9.** Propuesta de especificación para betunes asfálticos (CEN WG1, 1993)

CARACTERISTICAS	BETUNES DE GRADOS										
	20-30	35-50	40-60*	50-70	70-100	100-150	160-220	250-330	330-430	500-650	650-900
Penetración a 25 °C	20-30	35-50	40-60	50-70	70-100	100-150	160-220	250-330	-	-	-
Penetración a 15 °C	-	-	-	-	-	-	-	80-150	105-200	160-300	205-410
Punto de reblandecimiento (°C)	54-62	50-58	46-54	45-53	42-50	38-46	34-42	29-37	-	-	-
Viscosidad a 60 °C (Pa s, min)	400	205	90	80	48	18	6,5	20	15	8	5
Viscosidad a 135 °C (cSt, min)	220	170	<100	<100	<100	<100	<100	105	90	65	55
Solubilidad (% masa mín.)	99	99	99	99	99	99	99	99	99	99	99
Resistencia al envejecimiento (RTFOT)											
Pérdida de masa (% máx.)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,8	0,8	1,0	1,0	1,0	1,5	1,5
Penetración conservada (% mín.)	50	50	50	50	50	50	45	45	40	40	40
Penetración conservada (mín.)	11	19	22	27	38	56	76	116	53	80	108

\* Solamente para Hot Rolled Asphalt (U.K.)

Sobre algunas propiedades en las que existe división de opiniones sobre su consideración, tabla 3.10, se contempla la posibilidad de que puedan establecerse como opcionales por los distintos países, si bien esta alternativa implicaría de nuevo una falta de uniformidad de especificaciones y una dificultad al libre comercio [55].

Tomando como referencia las normativas ASTM, o las que existen en los distintos países, se han preparado las estandarizaciones de todos los métodos de análisis que figurarán en las especificaciones. Los cambios más significativos introducidos se pueden resumir en:



**Tabla 3.10.** Propiedades en debate (González Escoda, 1993)

- Parafinas
- Viscosidad a 60 ó 80 °C
- Fraass o Penetración a 5 °C
- Índice de penetración
- Incremento de Punto de reblandecimiento después del RTFOT

- a) Utilizar la agitación en el método de determinación del punto de reblandecimiento. Esto implica una ligera diferencia de resultados con los aparatos manuales que se usan en la actualidad, pero tiene la ventaja de la mayor precisión de los equipos automáticos. Bastará utilizar la agitación en los aparatos manuales que se usan en la actualidad, con la modificación de algunas dimensiones en el soporte de los anillos.
- b) Utilización del equipo de Rolling Thin Film Oven Test, para medir el envejecimiento. Este método tiene como ventajas sobre el ensayo de Thin Film Oven Test, la mayor rapidez en la obtención de resultados, ya que se efectúa en 85 minutos en lugar de las cinco horas del TFOT. También hay que resaltar que es un ensayo dinámico en el que la acción del aire es la misma en toda la muestra y no solo en la superficie como en el TFOT, correlacionando bastante bien con la planta de producción de aglomerado.

### 3.2 ESPECIFICACIONES PARA BETUNES MODIFICADOS

Dado que el empleo de los BMP ha aumentado en España, al igual que en otros países industrializados, es necesaria su normalización. Establecer las especificaciones para estos productos es una tarea sumamente compleja debido principalmente a la amplia variedad de polímeros utilizados, las distintas propiedades impartidas por cada tipo y concentración utilizada, la diversidad de aplicaciones a que son destinados y la demanda de propiedades específicas dentro de una misma aplicación.

La Administración española (CEDEX) ha elaborado una propuesta, recogida en la tabla 3.11, en la que se han incluido tres tipos diferentes de BMP, sin mencionarse explícitamente el tipo de polímero más adecuado para formular cada betún [124, 125]. El Tipo 1 está concebido para ser empleado en la fabricación de mezclas drenantes; el Tipo 2 para ser utilizado en mezclas densas y resistentes a la deformación y fatiga, en el que se han mejorado las propiedades elásticas y la ductilidad a bajas temperaturas; finalmente, el Tipo 3 para membranas antiremonte de fisuras, riegos espesos y capas intercaladas de arena-betún, en el que se ha aumentado la ductilidad y elasticidad con relación a los tipos anteriores, aumentándose también la penetración para facilitar su manejabilidad y puesta en obra a temperaturas no demasiado altas.

**Tabla 3.11.** Propuesta de especificación española sobre betunes modificados con polímeros (CEN WG4, 1993)

CARACTERISTICAS	UNIDAD	NORMA DE ENSAYO	BMP 1 60/70		BMP 2 60/70		BMP 3 80/100	
			Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.
Penetración a 25 °C	0,1 mm	NLT-124/84	55	70	55	70	80	150
Punto de reblandecimiento (A y B)	°C	NLT-125/84	58	*	60	*	65	*
Punto de fragilidad Fraass	°C	NLT-182/84		-10		-12		-12
Ductilidad a 5 °C	cm	NLT-183/84	4		25		40	
Flotador a 60 °C	s	NLT-183/85	700		1200		1200	
Estabilidad al almacenamiento, dif. P.R.	°C	NLT-328/91		5		5		5
Recuperación elástica, torsión a 25 °C	%	NLT-329/91	25		40		60	
Ensayos sobre el residuo de película fina								
Variación de masa	%	NLT-185/84		0,5		0,5		0,5
Penetración a 25 °C	% pen.orig	NLT-124/84	60		60		60	
Variación Punto de reblandecimiento	°C	NLT-125/84	-4	8	-4	8	-6	8
Ductilidad a 5 °C	cm	NLT-126/84	2		12		20	

\* El pto. de reblandecimiento máx. debe ser compatible con una temp. de fabricación de la mezcla bituminosa inferior a 180 °C.

El grupo de trabajo WG4 del Comité Europeo de Normalización (CEN) ha elaborado una lista provisional de ensayos para los BMP, tabla 3.12, que recoge los dos posibles grupos de características que van a definir los tipos de BMP [125]:

**Tabla 3.12.** Lista provisional de ensayos para BMP (CEN WG4, 1993)**A. CARACTERISTICAS PRIMARIAS O DE COMPORTAMIENTO FUNCIONAL**

Propósito u objetivo que se desea conocer	Propiedad que lo representa	Aplicación	Método de ensayo candidato
Susceptibilidad a la T.	Viscosidad	MC/TSS	En estudio
Envejecimiento: • durante la mezcla • en servicio	Endurecimiento: • en la mezcla • en el campo	MC MC/TSS	RTFOT/DIN (WG1) Según WG1
Fuerza de cohesión	Resistencia a tracción	MC MC TSS	ASTM Modificado PR T 66038 Péndulo Vialit
Capacidad para recuperarse después de esfuerzos	Recuperación elástica	MC/TSS	DIN 52018
Comportamiento en frío	Ductilidad/Fractura	MC/TSS	ASTM Modificado PR T 66038 Fraass
Almacenamiento	Estabilidad	MC/TSR	Zenke (tubo)
Homogeneidad	Dispersión del polímero	MC/TS	Microscopía de fluorescencia
Fuerza de unión con áridos	Adhesión	TS	TWIT-Vialit Mini Fretting
Características de curado	Velocidad de separación	TSR	Curado WG2 Rotura WG3

**B. CARACTERISTICAS DE CONTROL**

Propósito u objetivo que se desea conocer	Propiedad que lo representa	Aplicación	Método de ensayo candidato
Conformidad	Regularidad	MC  TSR	Penetración/WG1 T (AB)/WG1 Viscosidad/WG4 Viscosidad/WG2,3
Contenido en ligante	Ligante residual	TSR	WG3
Toma de muestras	Uniformidad en los ensayos	MC/TSR	WG1
Conversión peso/volumen	Densidad	MC/TSR	WG1
Seguridad y salud	Punto de inflamación Hoja de datos	MC/TSR	WG1/WG2/WG5

MC: Betún para mezclas en caliente

TSS: Betún para tratamientos superficiales, residuo seco

TSR: Betún para tratamientos superficiales, en recepción

- Características primarias o de comportamiento funcional, donde se incluyen aquellas propiedades que están más estrechamente relacionadas con la presencia del polímero, y que por lo tanto son prácticamente específicas de los BMP, o bien se encuentran muy modificadas con respecto a los betunes normales.
- Características secundarias o de caracterización y comprobación del producto a efectos de definición del mismo, pero cuyo resultado da menos información sobre la bondad del producto, tales como la penetración, densidad, punto de inflamación, etc.

La postura de otros países europeos en relación a los BMP es muy variable. Bélgica establece unas especificaciones en las que sólo figuran ensayos convencionales, a excepción de la recuperación elástica, sin recoger aspectos tan importantes como la estabilidad al almacenamiento, la resistencia al envejecimiento, la resistencia a la tracción u otra propiedad física que ponga de manifiesto la mayor cohesión de estos ligantes, tabla 3.13. Alemania y Suiza han establecido normas nacionales, tabla 3.14, siendo sin lugar a dudas las alemanas las más completas -y complejas- recogidas hasta ahora en Europa. Finlandia considera que es prematuro normalizarlos por falta de ensayos de caracterización adaptados a la experiencia del tráfico y ha promulgado reglas sólo con carácter interno. En Holanda y Austria hay normas en preparación. En Gran Bretaña e Italia no se dispone de normativas oficiales sino de acuerdos proveedor-usuario. Finalmente, en Francia se ha establecido una nueva aproximación en la cual cada producto, así como sus aplicaciones, es examinado por una comisión integrada por los fabricantes de betunes, fabricantes de maquinaria, contratistas y constructores, que elaboran un documento denominado *Avis Technique*.

**Tabla 3.13.** Especificaciones belgas sobre betunes modificados (1986)

CARACTERISTICAS	BETUN-CAUCHO				BETUN-TERMOPLASTICO				BETUN-CAUCHO	
	50/85		85/130		35/65		50/80		REGENERADO	
	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.
Penetración a 25 °C (0,1 mm)	50	85	85	130	35	65	50	80	60	100
Punto de reblandecimiento A y B (°C)	50	-	75	-	55	-	50	-	55	-
Punto de fragilidad Fraass (°C)	-	-10	-	-18	-	-18	-	-15	-	-15 *
Viscosidad a 135 °C (mPa.s)	800	-	900	-	600	1200	600	1200	-	-
Viscosidad a 205 °C (mPa.s)	-	-	-	-	-	-	-	-	300	1300
Ductilidad a 5 °C (cm)	10	-	50	-	2	-	4	-	7	-
Recuperación elástica, método torsión (%)	25	-	50	-	-	-	-	-	40	-

\* Previamente pasar por el tamiz de 0,135 mm.

**Tabla 3.14.** Especificaciones suizas sobre betunes modificados

TIPO	PENETRACION a 25 °C (0,1 mm)	TEMPERATURA A y B (°C)	APLICACION
I	20-100	60-85	Gussasphalt
II	51-100	50-70	Aglomerados
III	101-150	45-60	Tratamientos superf.

CARACTERISTICAS *	Mín.	Máx.
Intervalo de plasticidad, TAB-Fraass (°C)	70	-
Punto de fragilidad Fraass (°C)	-	-10
Recuperación elástica, 25 °C/30 min (%)	50	-
Estabilidad al almacenamiento:		
Diferencia de TAB (°C)	-	3
Envejecimiento acelerado en rotavapor:		
Disminución Penetración (%)	-	40
Aumento Penetración (%)	-	10
Aumento Punto reblandecimiento (°C)	-	7
Disminución Punto reblandecimiento (°C)	-	2

\* Características comunes a los tres tipos

#### 4. METODOS DE CARACTERIZACION

Las especificaciones existentes para ligantes asfálticos intentan que el producto cumpla una serie de propiedades, fijando unos rangos de valores dentro de los que deben encontrarse los resultados de los ensayos utilizados para valorar esas propiedades, cuyo cumplimiento debiera garantizar un adecuado comportamiento del betún en servicio. Así pues, pudiera pensarse que las especificaciones debieran incluir un gran número de ensayos con objeto de cubrir un amplio rango de propiedades. No obstante, la mayor parte de los ensayos establecidos en ellas sólo evalúan parcialmente y de forma indirecta estas propiedades, ya que principalmente pretenden identificar y clasificar el producto.

Además, estos ensayos no son capaces de detectar ciertas características fundamentales en su comportamiento, esto es, aunque se pueda conocer la adecuación o no de un ligante para un uso determinado, no se conoce con exactitud su posterior comportamiento, pudiendo tener comportamientos muy diferentes aún cumpliendo las mismas especificaciones.

A veces, una especificación no es más que un compromiso entre las posibilidades que tiene el fabricante y las necesidades del utilizador, de manera que las mismas no son algo estático, ya que a medida que los conocimientos científicos han evolucionado, o han surgido problemas en la carretera, se han ido adaptando los requerimientos exigidos al betún.

Por ello, cabría buscar un método de caracterización, que permitiera determinar tanto la calidad del producto como su comportamiento en carretera. El método Qualagon constituye un intento de establecer la relación que une las propiedades de los ligantes, evaluadas en laboratorio, con el comportamiento de los aglomerados asfálticos en la propia carretera.

### 4.1 METODO QUALAGON

Con esta intención, el laboratorio Shell de Amsterdam (KSLA), ha propuesto seleccionar nueve ensayos, seis de los cuales se realizan directamente sobre el ligante y el resto están relacionados con las mezclas fabricadas. Este método, denominado **Qualagon** [53, 148] (contracción de los términos ingleses *quality* y *nonagon*), presenta una adecuada elección de escalas que toman la forma de un nonágono regular, en cuyo interior se deben inscribir los valores de los distintos ensayos considerados, figura 3.20. Un ligante cuyas propiedades se encontrasen situadas fuera o en los límites del polígono, será posiblemente susceptible de presentar anomalías en su comportamiento en carretera.

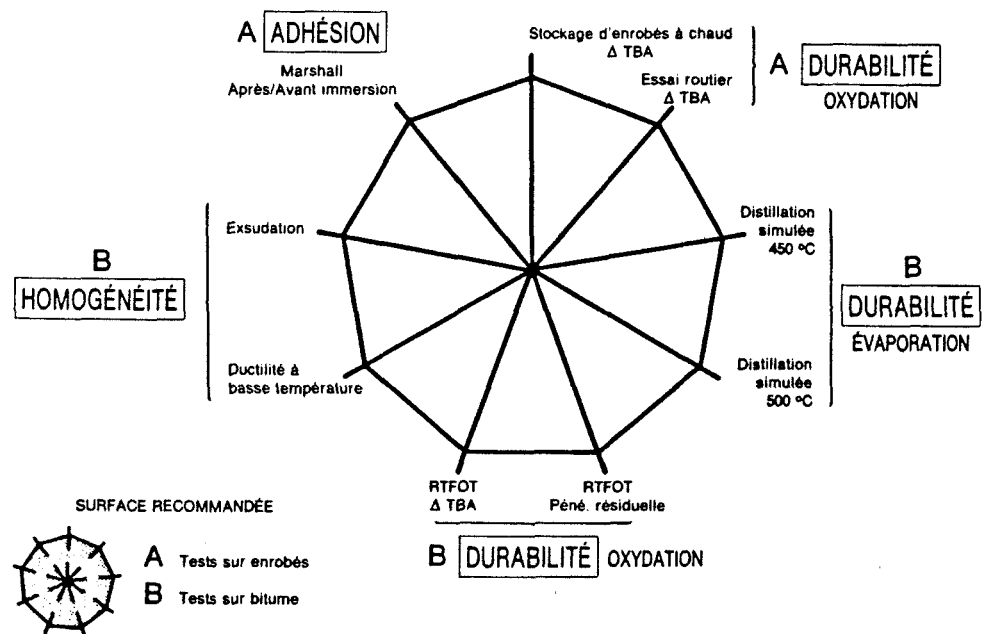


Figura 3.20. Concepto del método Qualagon (Giorgetti y Simoncelli, 1990)

Dado que la composición química de los betunes es muy compleja y varía considerablemente con el tipo de crudo y el proceso de fabricación, es difícil establecer una correlación directa entre composición y comportamiento en carretera. La aproximación más realista hoy en día para caracterizar la calidad de un ligante es analizar los parámetros físicos. El método Qualagon establece una sistemática buscando un compromiso entre propiedades físicas a altas y bajas temperaturas. No obstante, no ignora la importancia de parámetros tales como la distribución de pesos moleculares o el equilibrio entre los diferentes componentes (asfaltenos, aromáticos, resinas y saturados) que constituyen los betunes.

Los ensayos seleccionados por el método Qualagon corresponden a cuatro propiedades esenciales representativas de la calidad del producto: homogeneidad, cohesión, adhesividad y durabilidad.

#### **4.1.1 Homogeneidad**

El ligante debe comportarse como un material homogéneo en las condiciones variables de temperatura y tiempo de aplicación de carga, lo que se consigue cuando hay continuidad en la distribución de los pesos moleculares. Por el contrario, pueden aparecer ciertas dificultades en ligantes realizados por mezcla de productos cuya curva resultante de distribución de pesos moleculares presenta discontinuidades. La estabilidad coloidal debe tenerse igualmente en cuenta. Los asfaltenos, de peso molecular elevado y muy polares, necesitan un cierto contenido de maltenos para mantener la dispersión; en su defecto, los asfaltenos pueden flocular. Según la importancia de la separación o de la exudación, las fuerzas que unen los componentes del betún entre ellos (cohesión) y las fuerzas que unen el ligante a los áridos (adhesividad) se debilitarán. Por tanto, la facilidad de exudación es un indicador representativo del estado de la constitución química. Para valorarla, Shell ha desarrollado un ensayo denominado EDT (*Exudation Droplet Test*, SMS 2697) o ensayo de exudación.



En una mezcla bituminosa, la separación y la migración de los aceites ligeros puede verse facilitada por la naturaleza de los áridos, que desempeñan el papel de placas cromatográficas. En base a esto, en el ensayo de exudación las muestras de betún se colocan en alveolos fabricados en placas de marmol blanco italiano, seleccionado como árido de referencia, que se mantienen a 60 °C en atmosfera de nitrógeno, durante cuatro días.

Los anillos oleosos que aparecen alrededor de los alveolos son medidos al microscopio bajo luz ultravioleta. Su amplitud varía desde algunas décimas de milímetro para un betún estable hasta algunos milímetros para betunes inestables. Los betunes que presenten una débil exudación tendrán las mejores propiedades de cohesión y adhesividad. La tendencia a exudar depende, entre otros factores, del carácter parafínico de los crudos empleados y de la capacidad de agotar de la unidad de destilación durante el proceso de fabricación.

#### 4.1.2 Cohesión

El método Qualagon caracteriza la cohesión de los ligantes asfálticos mediante el ensayo de ductilidad a baja temperatura denominado LTD (*Low Temperature Ductility*, ASTM D 113).

Aunque la ductilidad es un ensayo de tracción sencillo, es considerado actualmente por Shell como un ensayo que puede dar idea de la cohesión de un ligante. En efecto, se ha encontrado que un ligante que presenta una pobre cohesión, tiene, en general, una débil ductilidad a baja temperatura.

En numerosos laboratorios se dispone de un ductilómetro para medir la ductilidad a 25 °C de acuerdo con las especificaciones. El poder discriminante de este ensayo, bastante débil a 25 °C, es aumentado en la práctica a temperaturas más bajas, en relación con la dureza del betún. Por ejemplo, la temperatura utilizada para los betunes B-80/100 es de 10 °C, mientras que para los B-40/50 es de 17 °C.

### 4.1.3 Adhesividad

El poder de adhesión de un ligante se ha definido como su capacidad de agarre a los áridos, pese a la acción de desenvuelta del agua. La disminución de las fuerzas de unión entre el betún y los áridos puede observarse por la variación del módulo de rigidez o de la estabilidad de la mezcla. La sensibilidad de una mezcla al agua se valora de manera simple por ensayos de compresión antes y tras inmersión de probetas de mezcla. El procedimiento utilizado es el ensayo Marshall: RMT (*Retained Marshall Test*, ASTM D 1559).

La mitad de la serie de probetas fabricadas se ensayarán al Marshall, constituyendo el valor de la estabilidad antes de la inmersión. El resto, se sumerge en agua a 60 °C durante dos días. Las estabilidades tras inmersión se comparan con las anteriormente obtenidas, y los resultados se expresan como relación de las estabilidades antes y tras inmersión (estabilidad Marshall conservada, %). Shell reconoce que la relativamente gran dispersión de los resultados de estabilidad y la escasa reproducibilidad son inherentes al ensayo Marshall. No obstante, la estabilidad conservada obtenida por diferentes laboratorios muestra diferencias significativas entre diferentes betunes.

### 4.1.4 Durabilidad

La durabilidad de un betún se ha definido como la capacidad para conservar sus características iniciales (homogeneidad, cohesión, adhesividad) durante las condiciones de servicio. El método Qualagon distingue los siguientes mecanismos de envejecimiento:

- Envejecimiento por oxidación y volatilización;
- Envejecimiento por exudación;
- Envejecimiento por volatilización.

## Envejecimiento por oxidación y volatilización

El betún, como parte integrante de la mezcla, evoluciona bajo la acción combinada del aire y de la temperatura. Esta acción, rápida a las altas temperaturas alcanzadas durante el proceso de mezcla y puesta en obra, y lenta a las temperaturas existentes durante su vida de servicio, produce modificaciones en la constitución del betún por reacciones de oxidación y deshidrogenización (creación de asfaltenos por ejemplo) y por una eventual volatilización de fracciones ligeras (variación de la distribución de pesos moleculares).

Los ensayos de envejecimiento realizados en laboratorio, tales como el TFOT (*Thin Film Oven Test*, ASTM D 1754) y el RTFOT (*Rolling Thin Film Oven Test*, ASTM D 2872), simulan aproximadamente el envejecimiento que sufre el ligante bituminoso durante el proceso de mezcla en la planta asfáltica.

El ensayo RTFOT tiene lugar en una estufa de aire forzado a 163 °C durante 75 minutos. Cantidades iguales de betún (35 g) se introducen en recipientes de vidrio mantenidos en posición horizontal en una plataforma giratoria de eje vertical. Debido a la rotación, el betún se mueve continuamente, evitándose la formación de costra. Por efecto del calor y del aire, puede producirse una pérdida de masa, que a veces se compensa por ganancias debidas a la oxidación, lo que no da idea de la volatilidad del producto. Como esta última se caracteriza por un ensayo de destilación simulada por cromatografía, la variación de masa debida al RTFOT no figura en la metodología Qualagon. Únicamente se consideran los valores de la penetración del residuo a 25 °C y el aumento del punto de reblandecimiento anillo y bola.

Un segundo ensayo, denominado *Field Trials Testing*, consiste en verificar las propiedades del ligante extraído de la mezcla fabricada en central, midiendo la diferencia entre el punto de reblandecimiento del betún original -tomado de la cisterna de la planta- y el del betún recuperado de la mezcla fabricada, para cuantificar los cambios experimentados en la práctica durante la fabricación de la mezcla.

Este aspecto tiene relación con el ensayo RTFOT, pero con la diferencia de que el betún está en contacto con el árido y que las mezclas no están fabricadas a una temperatura uniforme (la temperatura de mezcla varía dependiendo del tipo de ligante utilizado).

Finalmente, en el método Qualagon figura un tercer ensayo, denominado *Hot Mix Storage Test* (HMST) o ensayo de almacenamiento en caliente, que permite comparar el envejecimiento sufrido por el betún de una mezcla fabricada en laboratorio y el betún de la misma mezcla mantenida a la temperatura de mezclado durante un tiempo extremadamente largo, con objeto de evaluar el envejecimiento que sufre el betún durante un almacenamiento prolongado en el silo, midiendo el aumento del punto de reblandecimiento anillo y bola entre el betún extraído inmediatamente después del mezclado y el betún extraído de la misma mezcla después de permanecer 16 horas a 160°C.

### **Envejecimiento por exudación**

La migración de fracciones ligeras del betún hacia los áridos modifica in situ la composición del ligante. Debido al incremento del contenido de asfaltenos, parecido al que tiene lugar por oxidación, el betún endurece y envejece. Este fenómeno depende de la facilidad de exudación del betún y de la porosidad de los áridos. El ensayo de exudación (EDT), anteriormente descrito, proporciona una información interesante al respecto.

### **Envejecimiento por volatilización**

La transformación del betún por pérdida de materias volátiles por calentamiento puede evaluarse más finamente por una destilación simulada que por la sola variación de masa por envejecimiento al RTFOT. El método adoptado por Qualagon es el denominado *True Boiling Point Chromatography* (TBP-GLC) o destilación simulada por cromatografía en fase gaseosa.

Este análisis cromatográfico permite verificar las pérdidas de masa que se producen durante el mezclado y la formación eventual de "humo azul" durante esta operación, preveer el envejecimiento resultante de la volatilización de fracciones ligeras del betún (modificación de constitución) y, por último, informar sobre su tendencia a la inflamación por ignición (punto de inflamación Cleveland vaso abierto, por ejemplo).

La muestra de betún, en solución en sulfuro de carbono, es inyectada directamente sobre la pre-columna de un cromatógrafo de gases de dos columnas. Esta pre-columna separa los componentes pesados -asfaltenos, aromáticos polares pesados- del resto que es eluido por el gas vector (nitrógeno) en la columna principal, donde se lleva a cabo la separación de hidrocarburos. Los tiempos de retención son convertidos a temperaturas de destilación por medio de un calibrado a partir de parafinas normales. Los resultados se expresan como porcentaje sobre la masa inicial, en función de la temperatura de destilación.

Con objeto de caracterizar la curva de volatilización el método Qualagon considera las fracciones de masa evaluadas a 450 y 500 °C.

El método Qualagon se utiliza por parte de las refinerías Shell para la selección de los crudos utilizados para la obtención de betunes, figura 3.21, y la determinación de los procedimientos de elaboración de productos asfálticos, figura 3.22, y aunque no pretende sustituir a las especificaciones administrativas de los diferentes países, puede contribuir a su elaboración.

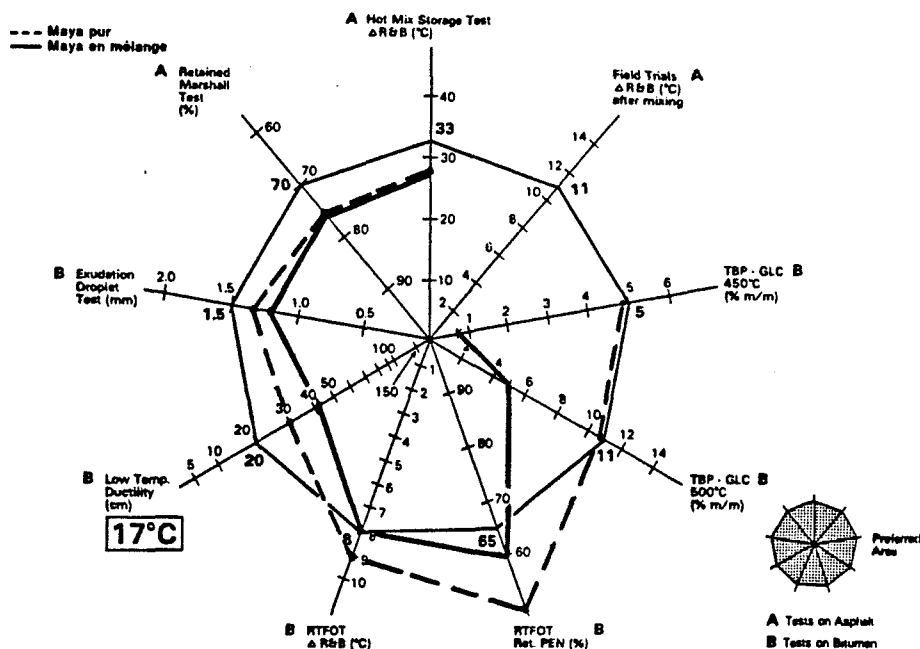


Figura 3.21. Evaluación de petróleos (Maya). Grado 40/50. Experiencia del grupo Shell (Giorgetti y Simoncelli, 1990)

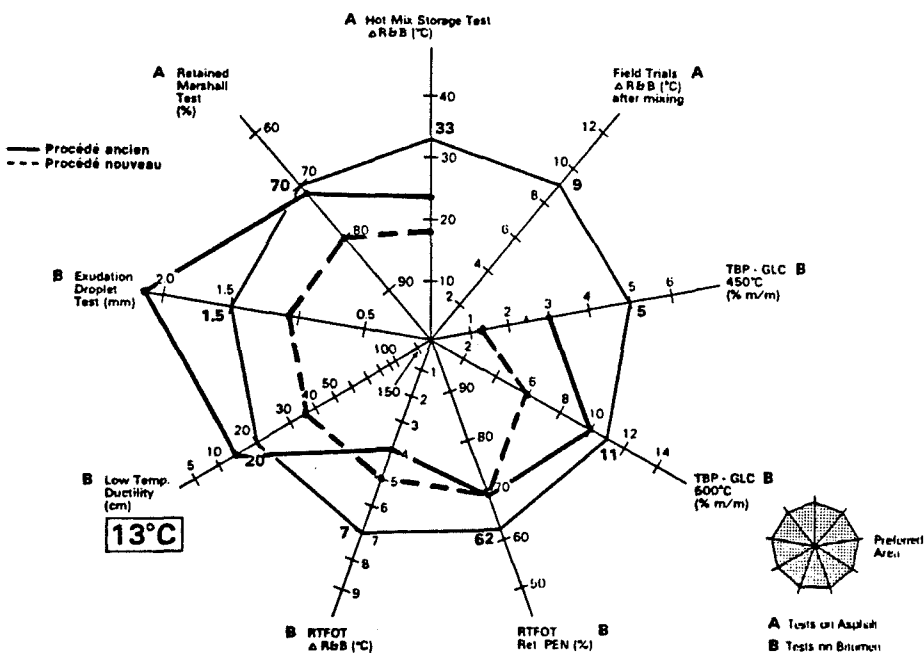


Figura 3.22. Evaluación de procesos de fabricación (semi-soplado). Grado 60/70. Experiencia del grupo Shell (Giorgetti y Simoncelli, 1990)

## 4.2 LINEA DE INVESTIGACION PROPUESTA

Las diferentes especificaciones y métodos de caracterización han sido desarrollados para valorar cuatro propiedades básicas del ligante:

- **Cohesión**
- **Susceptibilidad térmica**
- **Adhesividad**
- **Durabilidad**

Para ello se recurre a una gran variedad de ensayos, en algunos casos complejos y de difícil ejecución, que intentan evaluar estas propiedades aisladamente, sin ningún contacto con la realidad, y sin tener en cuenta en ningún momento que el fin primordial del ligante es proporcionar una adecuada cohesión a la mezcla. Por ello, se pretende desarrollar un procedimiento que basado en un ensayo que verdaderamente pueda medir esta propiedad, como es el ensayo cántabro de pérdida por desgaste, permita valorar las otras propiedades: susceptibilidad térmica, adhesividad y envejecimiento.

La variación de la viscosidad del ligante con la temperatura, implica que la cohesión que éste pueda proporcionar a la mezcla varíe también con la temperatura, por lo que si evaluamos la cohesión a diferentes temperaturas, estamos evaluando en realidad la susceptibilidad térmica del ligante.

Por la acción de desmenuamiento del agua, el ligante se separa del árido y disminuye así la cohesión de la mezcla. Por tanto, evaluando la cohesión después de someter a la mezcla a la acción del agua, podremos valorar la adhesividad del ligante al árido.

Por otra parte, el progresivo envejecimiento de los ligantes bituminosos bajo la acción combinada del aire y la temperatura durante su vida de servicio, provoca una oxidación y endurecimiento del ligante, que disminuye sus propiedades cohesivas. Al evaluar la cohesión después de un envejecimiento acelerado en laboratorio, permitirá determinar el grado de envejecimiento que ha sufrido el ligante.

El trabajo aquí presentado ha consistido en comprobar la idoneidad del ensayo cántabro de pérdida por desgaste para valorar estas propiedades, ya que mediante un único ensayo, rápido y sencillo, podría caracterizarse el comportamiento de los ligantes bituminosos en las mismas condiciones en que se encontrarán en la realidad, tanto de los betunes normales como de los modificados, que presentan comportamientos sensiblemente diferentes a los de los betunes originales.

Finalmente, se aplicará el ensayo cántabro para valorar la calidad del mástico fíller-betún, y poder comprobar el efecto del fíller sobre las propiedades del ligante, especialmente en caso de utilizar fílleres no convencionales como puede ser el caso de fibras.