UNIVERSIDAD TECNICA FEDERICO SANTA MARIA

DEPARTAMENTO DE OBRAS CIVILES

“RECUPERACIÓN DEL LIGANTE ASFÁLTICO DE UNA MUESTRA DE RAP UTILIZANDO EVAPORADOR ROTATORIO, TOLUENO Y CLORURO DE METILENO”.

Memoria de titulación presentada por:

Luis Osvaldo Tudela Morales

Como requisito para optar al título de:

Constructor Civil

Profesor guía:

Carlos Wahr Daniel

VALPARAÍSO, CHILE

ABRIL 2018

DEDICATORIA

A mis padres, Luis Tudela Tapia y Margarita Morales Durán, a mis abuelos Hernán Tudela Escobar y Edulia Tapia Belmar, por el apoyo incondicional a lo largo de toda mi vida. Llegar a esta etapa de mi formación profesional es únicamente gracias a ustedes.

Luis Tudela Morales

RECUPERACIÓN DEL LIGANTE ASFÁLTICO DE UNA MUESTRA DE RAP UTILIZANDO EVAPORADOR ROTATORIO, TOLUENO Y CLORURO DE METILENO".

RESUMEN EJECUTIVO

El presente estudio se enfoca en realizar y evaluar la recuperación asfáltica de un ligante proveniente de una muestra de Reclaimed Asphalt Pavement, verificando si durante el proceso, la exposición a los disolventes altera las propiedades reológicas del ligante.

Para llevar a cabo la investigación se implementa el equipo Evaporador Rotatorio con un sistema de inyección de gas inerte y se ejecutan las recuperaciones asfálticas de RAP utilizando los procedimientos de las normas ASTM D5404/D5404M-12 (Diclorometano) y ASTM D7906-14 (Tolueno).

Para efectuar la evaluación de los métodos, se emplea una comparación de la clasificación de asfaltos por grado de desempeño (PG). Esta caracterización no logra ejecutarse para el ligante RAP, debido a su excesivo envejecimiento y rigidez.

La verificación se realiza reemplazando el ligante RAP por uno tradicional CA-24 con grado PG conocido 64-22, el que fue sometido de igual forma a los procesos de recuperación.

A través de este trabajo es posible identificar que al contrastar las temperaturas del ligante base con las del ligante recuperado se obtienen grados PG 64-22 en todos los casos, sin embargo, al comparar las temperaturas de falla efectivas altas e intermedias, se aprecia un incremento de estas luego de las recuperaciones, evidenciado que el proceso sí provoca alteraciones en las propiedades del ligante, tanto en el estado original como después del envejecimiento en horno de película delgada rotatoria.

ABSTRACT

RECOVERY OF ASPHALT BINDER FROM A RAP SAMPLE USING A ROTARY EVAPORATOR, TOLUENE AND METHYLENE CHLORIDE.

The present study focuses on developing and evaluating asphalt binder recovery deriving from a RAP sample and verifying if during this process the exposure to the solvents alters the binder.

To conduct the research a Rotary Evaporator with an inert gas injection system is used and the asphalt recovery of RAP is implemented using the procedures from the following standards: ASTM D5404/D5404M-12 (Dichloromethane) and ASTM D7906-14 (Toluene).

To perform the evaluation of these methods, asphalts are classified and compared by their performance grade (PG). This characterization cannot be carried out for the RAP binder due to its excessive aging and stiffness.

Verification is achieved by replacing the RAP binder with the traditional CA-24 with a known performance grade 64-22, which was also subject to the used recovery methods.

Through this project it is possible to identify that by comparing the temperatures of the virgin binder with the recovered binder, a performance grade of 64-22 is obtained in all cases. However, by comparing the effective critical high and intermediate temperatures, an increase is noticed after the recovery, evidence that the process does provoke alterations in both the original state as well as its aging in the rolling thin film oven.

GLOSARIO

AASHTO : American Association of State Highway and Transportation Officials.

ACS : American Chemical Society.

ASTM : American Society for Testing Materials.

cc : Centímetro Cúbico.

cm : Centímetro.

cm^3 : Centímetro Cúbico.

CO_2 : Dióxido de Carbono.

EN : European Norms (Normas Europeas).

gr : Gramo.

HPDR : Horno de Película Delgada Rotatoria.

hr : Hora.

LEMCO : Laboratorio de Ensaye de Materiales y Control de Obras.

kPa : Kilopascal.

lt : Litro.

lt/min : Litro por minuto.

mbar : Milibar.

M.C. : Manual de Carreteras.

min : Minutos.

ml : Mililitro.

ml/min : Mililitro por minuto.

mm : Milímetro.

m/s^2 : Metro por segundo cuadrado.

NLT : Laboratorio del Transporte y Mecánica del Suelo del Centro de Estudios y Experimentación de Obras Públicas.

PAV : Pressure Aging Vessel (Horno de Envejecimiento Acelerado a Presión)

RAP : Reclaimed Asphalt Paviment (Pavimento de Asfalto Recuperado).

Rpm : Revoluciones por minuto.

r/s : Radianes por segundo.

seg : Segundo.

SBS : Styrene-Butadiene-Styrene (Estireno-Butadieno-Estireno).

SUPERPAVE : Superior Performing Asphalt Pavements.

UNE : Una Norma Española.

°C : Grados Celcius.

***µ*m** : Micrometro.

CONTENIDO

1 INTRODUCCIÓN 11

1.1 ANTECEDENTES GENERALES 11

1.2 OBJETIVOS DEL ESTUDIO 12

1.2.1 Objetivos Generales 12

1.2.2 Objetivos Específicos 12

1.3 ALCANCES DEL ESTUDIO 13

1.4 METODOLOGÍA DE TRABAJO 13

1.5 ESTRUCTURA DE LA MEMORIA 15

2 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA 16

2.1 RECUPERACIÓN DE LIGANTE ASFÁLTICO EN MEZCLAS ASFÁLTICAS. 16

2.1.1 Extracción y Preparación de la muestra para posterior recuperación 17

2.1.1.1 Norma ASTM D2172/D2172M-17 - Método de Ensayo A. 17

2.1.2 Métodos de Recuperación de Ligante Asfáltico: Abson y Evaporador Rotatorio. 22

2.1.2.1 Método Abson. 22

2.1.2.1.1 Descripción del equipo y Método de ensayo 22

2.1.2.2 Evaporador Rotatorio 25

2.1.2.2.1 Descripción del equipo y Métodos de ensayo 26

2.1.2.2.2 Norma ASTM D5404/D5404M-12 26

2.1.2.2.3 Norma ASTM D7906-14 28

2.2 RECUPERACIÓN DE LIGANTE ASFÁLTICO MODIFICADO CON POLÍMEROS. 29

2.3 METODOLOGÍA SUPERPAVE 31

3 ESTADO DE LA PRÁCTICA 32

3.1 NORMAS Y MÉTODOS UTILIZADOS EN ESTADOS UNIDOS 32

3.2 NORMAS Y MÉTODOS UTILIZADOS EN ESPAÑA 33

3.2.1 Norma UNE-EN 12697-3 2013 33

3.2.2 Norma UNE-EN 12697-4 2015 37

3.3 NORMAS Y MÉTODOS UTILIZADOS EN CHILE 41

3.3.1 Manual de Carreteras V8.302.58 41

3.3.1.1 Método con Columna de Fraccionamiento 41

3.3.1.2 Método con Evaporador Rotatorio 44

4 TRABAJO EXPERIMENTAL 47

4.1 PUESTA EN MARCHA DEL EQUIPO EVAPORADOR ROTATORIO 47

4.1.1 Estado Inicial del Equipo 47

4.1.2 Adquisiciones para Completar el Sistema 47

4.1.3 Montaje del Sistema 50

4.1.4 Prueba en Blanco y Ajuste del Funcionamiento 52

4.2 ENSAYOS DE RECUPERACIÓN DE LIGANTE ASFÁLTICO 53

4.2.1 Selección de la Muestra de RAP 54

4.2.1.1 Método 1: ASTM D5404/5404M-12 54

4.2.1.1.1 Acondicionamiento de la muestra 54

4.2.1.1.2 Extracción de la muestra 55

4.2.1.1.3 Recuperación de la muestra 56
4.2.1.2 Método 2: ASTM D7906-14 59
4.2.1.2.1 Extracción de la muestra 59
4.2.1.2.2 Recuperación de la muestra 59

4.3 PROCESO DE CLASIFICACIÓN DEL LIGANTE 62
4.3.1 Cambio de Ligante 63
4.3.2 Ensayos al Ligante RAP 63
4.3.2.1 Penetración 64
4.3.2.2 Punto de Ablandamiento 64
4.3.2.3 Viscosidad Cinemática a 135 [°C] 65
4.3.3 Ensayos en Ligante CA-24 66
4.3.3.1 Ligante Original 66
4.3.3.2 Ligante Recuperado con Diclorometano 67
4.3.3.3 Ligante Recuperado con Tolueno 67
4.3.3.4 Comparación de Resultados 68
4.3.4 Clasificación PG del Ligante Recuperado 71

5 CONCLUSIONES Y COMENTARIOS 74

6 REFERENCIAS 75

A. ANEXOS 77

"RESULTADOS VISCOSIDAD CINEMÁTICA A 135 [°C]" 77

B. ANEXOS 80

"RESULTADOS CLASIFICACIÓN POR DESEMPEÑO PG DEL LIGANTE CA-24" 80

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2-1: Recipiente de la unidad de extracción. [6] 18
Figura 2-2: Equipo Abson. [16] 22
Figura 2-3: Montaje de equipo para destilación del solvente. [7] 24
Figura 2-4: Evaporador Rotatorio R-210. [15] 26
Figura 3-1: Esquema típico de un Evaporador Rotatorio [12] 37
Figura 3-2: Agitador articulado de vidrio (Agitador todo de vidrio, con junta tamaño 19/26 o equivalente) [13] 39
Figura 3-3: Esquema aparato destilación mediante Columna de fraccionamiento [13] 44
Figura 4-1: Bomba de vacío utilizada durante las recuperaciones 48
Figura 4-2: Estaciones de Condensación 49
Figura 4-3: Conexión de mangueras de agua y vacío al Evaporador Rotatorio 51
Figura 4-4: Conexión de flujómetro de bola a Evaporador Rotatorio 52
Figura 4-5: Cuarteo de la muestra 55
Figura 4-6: Equipos centrífugos utilizados 56
Figura 4-7: Montaje del Sistema Evaporador Rotatorio utilizado 61
Figura 4-8: Comparación de los valores de Punto de Ablandamiento en el ligante recuperado con el ligante original 69
Figura 4-9: Comparación de la penetración en el ligante recuperado con el ligante original 70
Figura 4-10: Comparación de la Viscosidad Cinemática del ligante recuperado con el ligante original 70

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2-1: Disolventes y condiciones para la destilación. [11] 16
Tabla 4-1: Principales diferencias en los métodos de recuperación 62
Tabla 4-2: Resultado de los ensayos realizados al Ligante RAP 63
Tabla 4-3: Tolerancia Máxima entre Mediciones [11] 64
Tabla 4-4: Detalle de resultados en Punto de Ablandamiento 65
Tabla 4-5: Certificado de Análisis YAFU 24 (PG 64-22) 66
Tabla 4-6: Resultado de los Ensayos realizados al Ligante CA-24 sin recuperar 67
Tabla 4-7: Resultado de los Ensayos realizados al Ligante CA-24 recuperado con Diclorometano 67
Tabla 4-8: Resultado de los ensayos realizados al Ligante CA-24 recuperado con Tolueno 67
Tabla 4-9: Variación porcentual de la viscosidad cinemática 71
Tabla 4-10: Comparación de la temperatura alta e intermedia 72
Tabla 4-11: Comparación de la temperatura baja 73

1 INTRODUCCIÓN

1.1 ANTECEDENTES GENERALES

Hoy en día, promover conductas medio ambientales se transforma cada vez más en una necesidad y la industria del asfalto no está ajena a estos cambios. Se ha tomado conciencia de la importancia de prolongar la vida útil de los materiales que conforman un pavimento, por ende, el reciclaje se transforma en el camino a seguir, generando materiales con un alto potencial de reutilización.

El material asfáltico reciclable, conocido también como RAP (*Reclaimed Asphalt Paviment*) por sus siglas en inglés, corresponde a los elementos provenientes en su mayoría, del fresado de un pavimento de asfalto existente o bien de los excedentes de la pavimentación. Estos elementos son procesados hasta obtener un tamaño apropiado para ser incorporado a una nueva mezcla.

Para el diseño de una mezcla asfáltica que adicione RAP en un cierto porcentaje, se hace necesario conocer las propiedades que posee el ligante asfáltico proveniente del reciclaje, de tal modo que se pueda seleccionar un ligante virgen adecuado para agregar a la composición.

Con el fin de determinar las características del ligante procedente del reciclado, es necesario realizar un proceso denominado recuperación.

En la presente memoria de título se lleva a cabo la recuperación del ligante asfáltico de una muestra de RAP utilizando dos tipos de procesos normados, en los cuales varía el solvente utilizado. Por un lado diclorometano, según ASTM D5404/D5404M-12, “Método para la Recuperación de Asfalto de la Solución Utilizando el Evaporador Rotatorio”, mientras que por otro, Tolueno, siguiendo las instrucciones de la norma ASTM D7906-14, “Método para la Recuperación del asfalto de la mezcla usando Tolueno y el Evaporador Rotatorio”.

Lo anterior, con el fin de comparar las temperaturas obtenidas, luego de caracterizar el asfalto recuperado según su grado de desempeño.

1.2 OBJETIVOS DEL ESTUDIO

1.2.1 Objetivos Generales

- Realizar y evaluar la recuperación del ligante asfáltico proveniente de una muestra de RAP, de acuerdo a los procedimientos que indican las normas ASTM D5404/D5404M-12, “Método para la recuperación de asfalto de la solución utilizando el Evaporador Rotatorio” y ASTM D7906-14, “Procedimiento estándar para la recuperación del asfalto de la mezcla usando Tolueno y el Evaporador Rotatorio”.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Comparar el grado PG XX-YY del ligante asfáltico recuperado de una única muestra de RAP, mediante los métodos ASTM D5404/D5404M-12 y ASTM D7906-14.
- Evaluar los resultados de la caracterización por grado de desempeño de ambas recuperaciones.
- Evaluar el efecto del proceso de recuperación sobre el ligante asfáltico.
- Presentar recomendaciones a la metodología Chilena vigente en el área de recuperación de ligantes asfálticos.

1.3 ALCANCES DEL ESTUDIO

- La Presente memoria de título da a conocer los métodos descritos en ASTM D5404/D5404M-12 y ASTM D7906-14, para la recuperación del ligante asfáltico de una muestra de RAP, utilizando evaporador rotatorio, diclorometano y tolueno como solventes respectivamente.
- El estudio comprende únicamente los ensayos de recuperación y posterior análisis de los resultados de la clasificación PG del ligante.
- Todos los ensayos y procesos se realizarán en su totalidad en las dependencias del Laboratorio de Ensaye de Materiales y Control de Obras (LEMCO), de la Universidad Técnica Federico Santa María.

1.4 METODOLOGÍA DE TRABAJO

Este trabajo tiene un enfoque teórico – práctico (experimental), el cual se desarrolló en 3 etapas, las que se describen a continuación.

- Marco teórico conceptual:
  - Revisión bibliográfica y lectura de normas AASHTO, ASTM relacionadas con la recuperación de ligantes asfálticos. Específicamente las que utilizan gas inerte durante el proceso.
  - Breve descripción de cada ensaye, del material utilizado y también los procedimientos de trabajo.
- Desarrollo experimental:
  - Secuencia de trabajo y desarrollo según normas ASTM D5404/D5404M-12 y ASTM D7906-14.
  - Preparación de los equipos requeridos.
  - Implementación del equipo para operar con gas inerte.
  - Preparación de la muestra.

- Realización de los ensayos de recuperación del ligante.

- Análisis de resultados:
  - Análisis general, comparando resultados a través de la evaluación de los grados de desempeño resultantes, contrastando las temperaturas de falla obtenidas en ambas clasificaciones.
  - Recomendaciones generales a la normativa chilena vigente.
  - Conclusiones generales.

1.5 ESTRUCTURA DE LA MEMORIA

La presente memoria de se compone de cinco capítulos, en los cuales se exponen los procedimientos para la recuperación y posterior caracterización de ligantes asfálticos, además del análisis de los resultados obtenidos.

A continuación se presenta una breve descripción de cada uno:

- ***Capítulo 1:*** Se presentan los antecedentes generales y objetivos del estudio, los alcances y una breve reseña de los puntos a tratar.

- ***Capítulo 2***: Se presentan generalidades acerca de la recuperación de ligantes asfálticos. Se entrega una descripción detallada de los diferentes métodos y equipos empleados en este proceso. Información necesaria para llevar a cabo el presente estudio.

- ***Capítulo 3:*** Se presentan detalles de la situación actual de las recuperaciones de ligante asfático tanto en Estados Unidos como en España, normativas que representan la base para la gran mayoría de los ensayos realizados en nuestro país.

- ***Capítulo 4:*** Descripción de todos los procedimientos de recuperación y posteriores ensayos realizados al ligante recuperado.

- ***Capítulo 5:*** Se presentan las conclusiones finales de la presente memoria de título.

- ***Referencias.***

- ***Anexos.***

2 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 RECUPERACIÓN DE LIGANTE ASFÁLTICO EN MEZCLAS ASFÁLTICAS.

Dada la creciente intensidad del tráfico actual, cada día se requieren niveles de asfalto más elevados. Como consecuencia de esto, los ensayos deben orientarse no solo a la mezcla de los distintos componentes, sino también a las características de rendimiento, de esta manera se logra un análisis más profundo y más realista de las mezclas asfálticas.

La extracción y recuperación de ligantes asfálticos se convierten en métodos prácticos para evaluar la mezcla durante o después del proceso constructivo y a través de ellos conocer el cambio en las propiedades reológicas del material.

La solubilidad de la mezcla en disolventes orgánicos o separación por solventes es un método antiguo y de amplio empleo, por sí solo o formando parte de otros procedimientos, sin embargo posee un inconveniente: las temperaturas altas a las cuales hay que someter el ligante varían dependiendo del disolvente a emplear. Se presenta entonces la problemática de qué disolvente utilizar.

Cada país especifica o recomienda diferentes disolventes en sus normativas, aunque un gran número de estas han adoptado los parámetros de las normas Estadounidenses y Europeas, adaptándolas de acuerdo a sus necesidades y también a la calidad de sus materiales. En la Tabla 2-1 se presentan los disolventes comúnmente utilizados y sus condiciones para la destilación:

Tabla 2-1: Disolventes y condiciones para la destilación. *[11]*

Disolvente		Primera Fase		Segunda Fase		Temperatura Suplementaria [°C]
Descripción	Punto de Ebullición [°C]	Temperatura T1 [°C]	Presión P1 [kPa]	Temperatura T2 [°C]	Presión P2 [kPa]	
Diclorometano	40	85	85	150	2	175
Tricloroetano 1.1.1	74,1	80	30	160	2	185
Benceno	80,1	80	30	160	2	185
Tricloroetileno	87	90	40	160	2	185
Xileno	140	120	30	180	2	205
Tolueno	110,6	110	40	160	2	185
Tetracloroetileno	121	110	40	160	2	180

2.1.1 Extracción y Preparación de la muestra para posterior recuperación

Previo al proceso de recuperación del ligante asfáltico, es necesario separarlo de la mezcla, es decir, de los áridos. Esta tarea se denomina extracción, se ejecuta utilizando equipos de centrifugación de alta velocidad, capaces de separar la materia insoluble gruesa y fina, además del disolvente prescrito en el método de recuperación que se empleará posteriormente. A continuación, se describe el método ASTM D2172/D2172M-17 procedimiento A, que sirve como referencia para la gran mayoría de las normas de extracción y preparación de muestras que luego serán recuperadas.

2.1.1.1 Norma ASTM D2172/D2172M-17 - Método de Ensayo A.

Este método describe los procedimientos para obtener el ligante asfáltico de una mezcla o testigo, a través del proceso de centrifugación, utilizando una cantidad acotada de disolvente.

Aparatos:

- *Aparato Extractor;* Consiste en un bol (ver Figura 2-1), y un aparato en el cual se pueda rotar este bol a una velocidad variable y controlada hasta de 3600 [rpm]. El equipo debe estar dotado de un recipiente para recoger el solvente que sale del bol y un drenaje para evacuarlo. Debe ser instalado bajo una campana para tener una ventilación adecuada.
- *Anillos Filtrantes;* de fieltro o papel, con diámetro igual al del bol.
- *Horno;* capaz de mantener una temperatura de 110 ± 5 [°C].
- *Balanzas;* de capacidad suficiente y 0,01 [gr] de resolución.
- *Probetas Graduadas;* de 1.000 y 2.000 [ml] de capacidad.
- *Crisol;* con capacidad de 125 [ml].
- *Desecador.*

Reactivos:

- Solución saturada de carbonato de amonio, químicamente puro.
- Cloruro de metileno (diclorometano), químicamente puro.

- Bromuro de n-propilo, de acuerdo a la norma ASTM D6368.
- Tricloroetileno, de grado reactivo o de acuerdo a la norma ASTM D4080.

.

Figura 2-1: Recipiente de la unidad de extracción. *[6]*

Procedimiento:

- Determinar el contenido de humedad de acuerdo con el método de ensayo D1461.
- Colocar una porción de 650 a 2500 [gr] en un recipiente.
- Cubrir la porción de ensayo con el disolvente descrito en el método seleccionado y dejar el tiempo suficiente para que este la desintegre (máximo 1 hora). Colocar el recipiente que contiene la muestra en el aparato de extracción y cubrir con el anillo filtrante. Sujetar firmemente la tapa y colocar un recipiente debajo del drenaje para recoger el extracto.
- Iniciar el funcionamiento de la centrífuga girando lentamente y aumentar la velocidad de forma gradual hasta un máximo de 3600 [rpm] o hasta que no se observe flujo de solvente. Una vez que la máquina se detenga, agregar 200 [ml] de solvente y repetir el procedimiento un mínimo de tres veces. Almacenar el extracto en un recipiente adecuado.

- Quitar el anillo de fieltro del recipiente, eliminar la materia mineral adherida a este y agregarla al árido extraído. Secar el anillo a masa constante en un horno a 110 ± 5 [°C].

Determinar la cantidad de agregado mineral en el extracto por cualquiera de los siguientes métodos de ensayo:

1. <u>Método de la ceniza</u>

- Se determina el volumen o masa del extracto total. Determinar la masa de un recipiente para ignición. Agitar completamente el extracto e inmediatamente se vacían 100 [ml] o 100 [gr] en el recipiente. Secar hasta evaporar en una placa calefactora o baño de vapor. Calentar hasta convertir en ceniza (500 a 600 °C) y luego dejar enfriar. Determinar la masa de la ceniza y luego agregar 5 [ml] de solución de carbonato de amonio saturado por gramo de ceniza. Dejar a temperatura ambiente por una hora y secar en un horno a 110 ± 5 [°C] hasta masa constante, enfriar en un desecador y determinar la masa con aproximación de 0,001 [gr].
- Se calcula la masa del material en el volumen total del extracto (*W4*), según la siguiente fórmula:

$$W4 = G\left[\frac{V1}{(V1 - V2)}\right]$$

Donde:
G = cantidad de ceniza en la alícuota, [gr]. (aproximada a 0,001 [gr])
V1 = volumen total, [ml] (o masa total en [gr]), y
V2 = volumen de la alícuota, [ml] (o masa de la alícuota en [gr])

2. <u>Método de Centrifugación</u>

- Para realizar este método, debe utilizarse cualquier dispositivo de alta velocidad adecuado (3000 [rpm] o superior) del tipo flujo continuo.
- Se determina la masa del recipiente de la centrífuga limpio y vacío con aproximación de 0.01 [gr] y se coloca en la centrífuga. Colocar un vaso receptor justo por debajo

del desagüe del equipo para recoger el extracto de la centrifugación. Vaciar todo el contenido en un recipiente provisto de un control de alimentación. Iniciar el proceso de centrifugación y dejar que alcance una velocidad constante. Abrir la línea de alimentación y dejar fluir el extracto a razón de 100 a 150 [ml/min]. Una vez que todo el extracto haya pasado por la centrífuga, lavar el mecanismo de alimentación con solvente limpio hasta que el extracto sea prácticamente incoloro

- Dejar que la centrífuga se detenga y retire el recipiente. Mantener bajo una campana para que se evapore el solvente residual, luego es necesario secar el recipiente en un horno a 110 ± 5 [°C], dejar enfriar y determinar la masa inmediatamente. El aumento corresponde a la masa de agregado mineral en el extracto.

3. <u>Método Volumétrico</u>

- Colocar el extracto en un matraz previamente tarado y calibrado, el cual se deja en un baño a temperatura controlada de 60,1 [°C] y permitir que el contenido alcance la temperatura a la cual fue calibrado el matraz. Cuando se llegue la temperatura deseada, llenar el frasco con solvente, que se ha mantenido a la misma temperatura. Vaciar hasta que el nivel del líquido alcance el cuello del matraz e insertar el tapón, retirar el matraz del baño. Limpiar el matraz en seco, determinar la masa con aproximación de 0,1 [gr] y registrar como la masa del matraz más el extracto.

- Calcular el volumen de asfalto y de finos en el extracto de la siguiente manera:

$$V1 = V2 - \frac{(M1 - M2)}{G1}$$

Donde:

V1 = volumen de asfalto y finos en el extracto,

V2 = volumen del matraz,

M1= masa del contenido del matraz,

M2 = masa del asfalto y finos en el extracto = masa de las muestras totales menos la masa del agregado extraído, y

G1 = gravedad específica del solvente determinada de acuerdo con los métodos de ensayo D2111.

- Calcular la masa de finos en el extracto de la siguiente manera:

$$M3 = K(M2 - G3 \cdot V1)$$

Donde:

M3 = masa de finos en el extracto,

G2 = gravedad específica de los finos,

G3 = gravedad específica del asfalto,

$K = \frac{G2}{G2 - G3}$

V1 = volumen de asfalto y finos en el extracto, y

M2 = masa del asfalto y finos en el extracto = masa de las muestras totales menos la masa del agregado extraído.

<u>Cálculo del contenido de Asfalto</u>

Calcular el porcentaje de asfalto en la porción de ensayo de la siguiente manera:

$$Contenido\ de\ Asfalto\ (\%) = \left[\frac{(W1 - W2) - (W3 + W4)}{W1 - W2}\right] \times 100$$

Donde:

W1 = masa de la porción de prueba,

W2 = masa de agua en la porción de prueba,

W3 = masa del agregado mineral extraído, y

W4 = masa de la materia mineral en el extracto.

2.1.2 Métodos de Recuperación de Ligante Asfáltico: Abson y Evaporador Rotatorio.

2.1.2.1 Método Abson.

El método Abson es un ensayo de laboratorio cuyo objetivo es recuperar el ligante asfáltico extraído de una mezcla asfáltica, utilizando tricloroetileno, bromuro de promilo normal o cloruro de metileno.

La norma ASTM D1856-09 describe el procedimiento, condiciones y características del ensayo, cuyo principio básico es la destilación del solvente de la solución mediante el uso de altas temperaturas, luego de lo cual se introduce un gas inerte (dióxido de carbono) en el proceso, para eliminar los últimos residuos de solvente.

El ligante se recupera con propiedades que son sustancialmente similares a las que tenía en la mezcla asfáltica y queda en condiciones para ser utilizado en ensayos posteriores.

2.1.2.1.1 Descripción del equipo y Método de ensayo

El aparato de destilación Abson (ver Fig. 2-2) presenta un peso aproximado de 10 [kg] y está compuesto por tuberías de cristal, manto de calentamiento eléctrico y frascos de extracción. El gas es inyectado a través de un flujómetro de gas fijado con soportes y abrazaderas.

Figura 2-2: Equipo Abson. *[16]*

Aparatos:

- *Centrífuga:* Debe tener capacidad para 2 frascos de boca ancha de 240 [ml] y que pueda producir una fuerza de 770 unidades de gravedad. Puede utilizarse también el equipo señalado en Método ASTM D 96.
- *Tubos centrífugos:* Provisión de frascos de boca ancha de 240 [ml] o tubos centrífugos.
- *Aparato de destilación,* como se muestra en figura 2-3, compuesto por las siguientes partes:
- *Frascos de extracción;* dos matraces de boca ancha con capacidad de 250 [ml] resistentes al calor, uno para destilación y el otro como receptor.
- *Tubería de vidrio;* resistente al calor, con un diámetro de 10 [mm], doblado según figura 2-3, que conecta el matraz de evaporación con el condensador.
- *Tubo de aireación;* debe tener 180 [mm] de longitud, con un diámetro externo de 6 [mm] y con un bulbo de 10 [mm] de diámetro que contenga 6 orificios, de aproximadamente 1,5 [mm] de diámetro, en forma escalonada.
- *Manto calefactor;* (como se muestra en figura 2-3), que se ajuste a un matraz de 250 [ml] con transformador variable o un baño de aceite, para el matraz de evaporación.
- *Condensador con camisa de agua;* de 475 a 500 [mm] de longitud.
- *Termómetro;* de tipo ASTM 7C para baja destilación, con un rango de -2 a 300 [°C], que cumpla con los requerimientos de la norma ASTM E 1.
- *Medidor de flujo de gas;* como se muestra en figura 2-3 o cualquier otro medidor capaz de indicar un flujo de gas de hasta 1.000 [ml/min].
- *Tapones de corcho,* de tamaño N°20 y perforados como se muestra en la figura 2-3.
- *Tubo de goma,* resistente a solventes clorados, con largo y tamaño suficientes para conectar el tubo de aireación al medidor de flujo y equipado con una pinza de

sujeción o llave de paso para cerrar el tubo de aireación antes de inyectar el flujo de CO_2.

- *Embudo de separación;* con capacidad de 125 [ml].

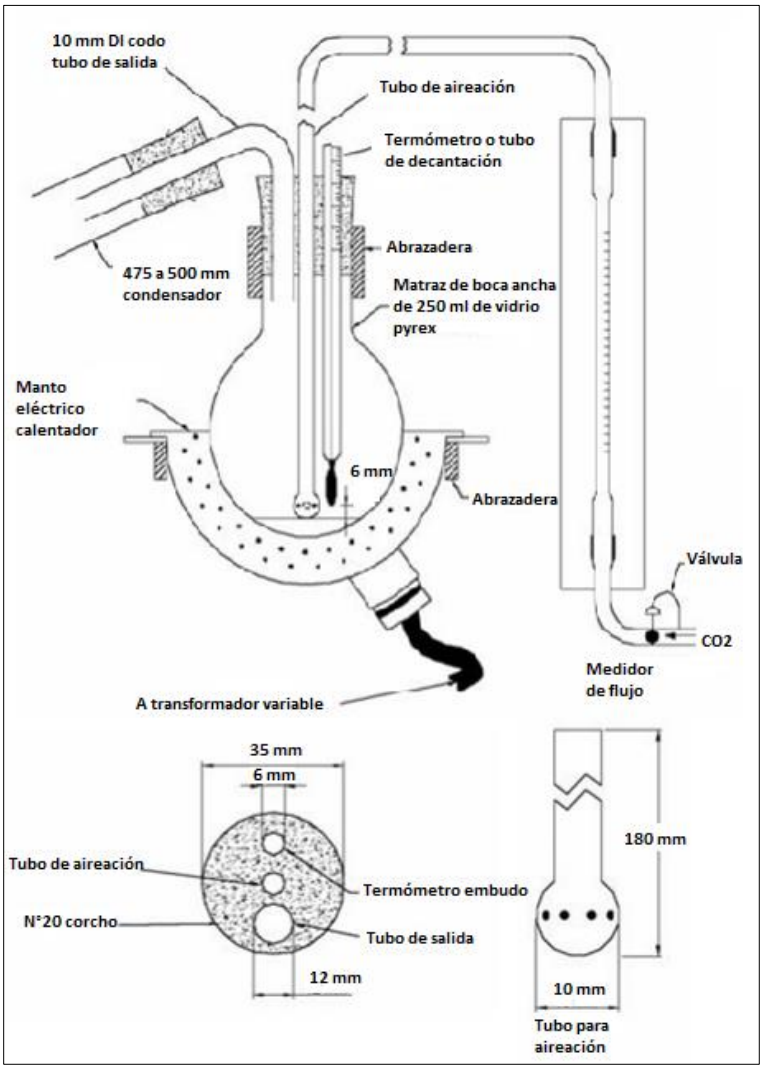

Figura 2-3: Montaje de equipo para destilación del solvente. *[7]*

Procedimiento de ensaye:

- Centrifugar la solución por un mínimo de 30 [min], utilizando una fuerza de 770 unidades de gravedad. Si se utiliza una centrifuga continua, el vaciado de la solución

no debe exceder los 150 [ml/min] mientras la centrífuga esté funcionando con una fuerza no menor a 3000 unidades de gravedad.

- Concentrar aproximadamente 200 [ml] de solución, transferir al matraz de evaporación de 250 [ml] y comenzar con la destilación.
- Continuar con la destilación hasta que la temperatura alcance 135 [°C], en ese momento iniciar el flujo de CO_2 (aproximadamente 100 [ml/min]). Cuando la temperatura alcance de 157 a 160 [°C], aumentar el flujo de CO_2 a 900 [ml/min], mantener esta condición por 10 [min] mientras se mantiene también la temperatura de la solución en el matraz de 160 a 166 [°C].
- Si después del periodo de 10 [min] aún se observa goteo de solvente en el frasco receptor, mantener el flujo de gas y la temperatura hasta 5 [min] después de que este finalice. En ningún caso el flujo de CO_2 debe ser inferior a 15 [min].
- Al finalizar el periodo, interrumpir el flujo de gas y el calor.

2.1.2.2 Evaporador Rotatorio

Este método utiliza el Evaporador rotatorio o rotavapor, equipo que tiene por objetivo principal la separación por medio de evaporación a presión del solvente que acompaña al ligante asfáltico en la solución.

Diferentes normas recomiendan el uso de este método y las principales diferencias radican en los solventes, presiones y temperaturas empleadas en cada una de ellas. Al igual que en el método Abson descrito anteriormente, este procedimiento altera de forma mínima las propiedades del ligante recuperado.

Este punto aborda el uso de dos normas internacionales, ASTM D5404/D5404M-12 “Método para la recuperación de asfalto de la mezcla utilizando el Evaporador Rotatorio” y ASTM D7906-14 “Método para la recuperación de asfalto de la mezcla utilizando Tolueno y el Evaporador Rotatorio”.

2.1.2.2.1 Descripción del equipo y Métodos de ensayo

El evaporador rotatorio R-210 (ver fig. 2-4) está provisto de un módulo de vidrio vertical para destilaciones estándares, en cuyo interior se encuentra un espiral por el cual circula el agua de refrigeración. Este se conecta con el matraz de evaporación y también el de destilación, recipientes que alojan el extracto solvente-tolueno y el solvente destilado respectivamente.

Para lograr la evaporación se cuenta con un baño calefactor de hasta 5 [lt] (agua o aceite) con indicador digital de temperatura, regulable según los requerimientos de la norma aplicada.

Con el elevador motorizado se puede introducir y retirar el matraz de evaporación del baño.

Figura 2-4: Evaporador Rotatorio R-210. *[15]*

2.1.2.2.2 Norma ASTM D5404/D5404M-12

Con el fin de determinar las características del asfalto en una mezcla, es necesario separarlo del agregado mediante el uso de un solvente, dando paso a una solución de asfalto más solvente, desde la cual debe ser recuperado. Al término del proceso, el ligante recuperado puede ser ensayado para evaluar los cambios en sus propiedades reológicas.

Aparatos:

- *Evaporador Rotatorio;* equipado con un matraz de destilación, motor de velocidad variable, condensador, matraz de recuperación y baño de aceite.
- *Manómetro o medidor de vacío;* adecuado para medir el vacío indicado.

- *Medidor de flujo de gas;* capaz de indicar un flujo de hasta 1000 [ml/min].
- *Contenedor para muestra;* con volumen adecuado para contener la muestra y el solvente agregado.
- *Sistema de vacío;* capaz de mantener un vacío con un rango de ± 0,7 [kPa] del nivel deseado.
- *Baño;* capaz de mantener una temperatura de 165 ± 5 [°C].

Reactivos:

- Nitrógeno o Dióxido de carbono (gaseosos); tanque presurizado con válvula reductora.
- Aceite; para el baño caliente.
- Solventes:
    - Tricloroetileno y cloruro de metileno.
    - Bromuros de propilo.

Procedimiento:

- Calentar el baño de aceite a un temperatura de 140 ± 3 [°C].
- Hacer circular el agua fría por el sistema.
- Aplicar un vacío de 5,3 ± 0,7 [kPa] por debajo de la presión atmosférica y depositar aproximadamente 600 [ml] de solución en el matraz de destilación. Comenzar con el flujo de Nitrógeno o dióxido de carbono a razón de 500 [ml/min]. Comenzar a girar el matraz de destilación a 40 [rpm] y sumergir el matraz en el baño.
- Si la cantidad de solución en el matraz es lo suficientemente baja, detener el flujo de Nitrógeno o dióxido de carbono y vaciar la solución restante en el matraz, luego de esto reestablecer el flujo de gas.
- Cuando ya no se observe condensación, sumergir el matraz a la profundidad máxima. Aplicar lentamente un vacío de 80 ± 0,7 [kPa] por debajo de la presión atmosférica, aumentar el flujo de gas a 600 [ml/min] y la velocidad de rotación a 45 [rpm]. Mantener la condición por 10 ± 1 [min].

- Al final del periodo de 10 [min], retire el matraz de destilación del aparato. Vaciar el asfalto en un recipiente adecuado.

2.1.2.2.3 Norma ASTM D7906-14

Este método de ensayo está basado en los mismos principios descritos en el punto 2.1.2.2.2, la diferencia más significativa se encuentra en el disolvente utilizado para separar el ligante asfáltico del árido, en este caso en particular, se utiliza tolueno. Los niveles de temperatura y vacío varían en función del disolvente.

Aparatos:

- *Evaporador Rotatorio.*
- *Frascos de destilación y recepción;* ambos con capacidad de 1 [lt].
- *Bomba de vacío y controlador;* al igual que en punto 2.1.2.2.2 con una precisión de ± 0,7 [kPa] del nivel deseado.
- *Medidor de flujo de gas;* capaz de indicar un flujo de hasta 1 [lt/min].
- *Contenedor para muestra;* con volumen adecuado para contener la muestra y el solvente agregado.
- *Enfriador de circulación;* capaz de refrigerar el agua circulante para aumentar la condensación del tolueno.

Reactivos:

- Nitrógeno o Dióxido de carbono (gaseosos); tanque presurizado con válvula reductora.
- Aceite; para el baño caliente, con punto de inflamación superior a 215 [°C].
- Tolueno; el solvente utilizado para extraer el asfalto de las mezclas debe ser de grado ACS que no contenga 1,2 epoxibutano como estabilizador.

Procedimiento:

Destilación Primaria:

- Calentar el baño de aceite a un temperatura de 150 ± 5 [°C].
- Hacer circular el agua fría por el sistema.

- Mientras el matraz se encuentre sobre el baño de aceite, introducir la solución asfalto-tolueno (200 a 300 ml) en el matraz de destilación aplicando un vacío de 72 ± 0,7 [kPa].
- Comenzar a girar el matraz a 40 [rpm] e introducirlo en el baño de aceite. Sumergir 40 [mm] aproximadamente.
- Aumentar de forma gradual el vacío hasta llegar a 45,3 ± 0,7 [kPa], cuidando que la solución no fluya hacia el condensador.
- Mantener 200 a 300 [ml] de solución en el matraz. Alimentar de forma continua, si esto no puede realizarse, agregar solución cada 3 a 5 minutos.
- Retirar el solvente recuperado cuando sea necesario.

Destilación Final para eliminar el solvente restante:

- Una vez que la mayor parte del solvente se haya destilado de la solución y se observe una disminución en el goteo de las bobinas del condensador, llegando a aproximadamente una gota cada 15 [seg], aumentar lentamente el vacío hasta alcanzar 6,7 ± 0,7 [kPa].
- Aplicado el vacío y una vez que el goteo de las bobinas sea nuevamente de una gota cada 15 [seg], iniciar el flujo de Nitrógeno o dióxido de carbono a razón de 600 [ml/min].
- Mantener la condición de los dos puntos anteriores durante un periodo de 45 ± 2 [min].
- Al término de los 45 [min], limpiar y retirar el matraz de destilación del equipo. Invertir y colocar en un horno a 165 ± 1 [°C] permitiendo que el ligante se deposite en el recipiente donde se almacenará.

2.2 RECUPERACIÓN DE LIGANTE ASFÁLTICO MODIFICADO CON POLÍMEROS.

Está plenamente comprobado que los asfaltos convencionales tienen propiedades mecánicas satisfactorias y que pueden desempeñarse de manera óptima frente a la aplicación de cargas y las distintas condiciones climáticas. Sin embargo, en la actualidad

existen grandes volúmenes de tránsito, que conllevan un exceso de carga, esto sumado al cambio en las condiciones climáticas globales, hacen que utilizar asfaltos convencionales muchas veces no logre satisfacer las expectativas como por ejemplo cumplir con el tiempo de servicio estimado. Mejorar las características de los asfaltos, da origen entonces a los asfaltos modificados, ampliamente conocidos y utilizados hoy en día.

A pesar de que se logra una mejora sustancial en el desempeño de los ligantes modificados, no todos funcionan igualmente bien y son susceptibles al envejecimiento en diferentes grados durante su producción y posterior construcción. En base a esto, se hace fundamental evaluar las propiedades del ligante en el pavimento terminado.

Para los asfaltos no modificados, los procesos de extracción y recuperación convencionales no inducen cambios importantes en las propiedades reológicas del ligante, pero en asfaltos modificados con polímeros esto es un punto a discutir. La red polimérica ya no se encuentra presente en el ligante, las moléculas luego de la recuperación ya no se encuentran unidas entre sí, en caso contrario, no sería posible extraerlas. Durante la recuperación en tanto, estas se reordenan o reconstruyen completamente. Otro problema es el solvente residual que queda después de la destilación al vacío. Se ha demostrado que para algunos asfaltos modificados con SBS existe una disminución significativa del punto de ablandamiento por acción del solvente residual. (Nösler, I., Tanghe, T., & Soenen, H.) [3]

Aunque existen inconvenientes, estos solo se presentan en casos muy particulares, finalizando en resultados satisfactorios en la mayoría de las investigaciones. El método convencional de extracción-recuperación funciona bien en la mayoría de los casos con solo pequeñas desviaciones de los valores originales. Sin embargo existen combinaciones ligante/disolvente donde la extracción no es posible o donde se encuentran grandes diferencias entre ligante recuperado y original para algunas pruebas reológicas. (Hugener, M. & Pittet, M.) [2]

2.3 METODOLOGÍA SUPERPAVE

Durante la última etapa de servicio de un pavimento, el asfalto ha sufrido un endurecimiento natural producto de la oxidación como factor principal, este proceso es conocido como envejecimiento del asfalto y se ha tratado de simular a través de muchas técnicas. Dentro de este contexto está la metodología SUPERPAVE, que establece una especificación para los ligantes asfálticos de acuerdo a su desempeño frente a las condiciones climáticas a las que se verá sometido en el lugar en el cual se construirá el pavimento y en distintas etapas de su vida de servicio. La especificación PG o Performance Grade por sus siglas en inglés fija criterios de desempeño constantes, entregando las temperaturas extremas e intermedias en las cuales el ligante mantiene sus propiedades de manera favorable. La especificación se define según su grado de comportamiento como PG XX-YY, donde “XX” corresponde al promedio de los 7 días de máxima temperatura, mientras que “YY” indica la temperatura mínima del pavimento, estos datos provienen de un registro con un mínimo de 20 años.

Lo anterior se logra a través de la aplicación de un proceso de envejecimiento acelerado del ligante en laboratorio a corto y largo plazo. Para simular el envejecimiento primario provocado durante el mezclado y la colocación de la mezcla asfáltica, se utiliza el HPDR, mientras que para reproducir el envejecimiento secundario producido durante la vida útil se utiliza el equipo PAV.

3 ESTADO DE LA PRÁCTICA

Se hace indispensable y sumamente necesario que el país se encuentre conectado con las nuevas tecnologías aplicadas en el exterior, a través de estas se hace posible en muchas ocasiones optimizar recursos, utilizar materiales y técnicas que mejoren las experiencias actuales. A continuación se presentan las normas y métodos que hoy se utilizan en E.E.U.U. y España, además de la metodología que actualmente se utiliza a nivel nacional.

3.1 NORMAS Y MÉTODOS UTILIZADOS EN ESTADOS UNIDOS

En la actualidad, las normas para la recuperación de ligantes asfálticos de una mezcla, se encuentran bajo el amparo de dos grandes instituciones de reconocimiento mundial: AASTHO y ASTM International, las cuales han contribuido mucho a las carreteras y puentes a través de orientación y por supuesto toda la normativa utilizada en la construcción y mantenimiento de la infraestructura.

La normativa vigente para los Estados Unidos describe entonces 3 diferentes procedimientos para la recuperación de un ligante: ASTM D1856-09 “Standard Test Method for Recovery of Asphalt From Solution by Abson Method” (ver punto 2.1.2.1), ASTM D5404/5404M-12 “Standard Practice for Recovery of Asphalt from Solution Using the Rotary Evaporator” (ver punto 2.1.2.2.2), ASTM D7906-14 “Standard Practice for Recovery of Asphalt from Solution Using Toluene and Rotary Evaporator” (ver punto 2.1.2.2.3).

Otro procedimiento que puede utilizarse en la recuperación de un ligante RAP es un método combinado de extracción-recuperación, que fue desarrollado durante el Strategic Highway Research Program (SHRP) y modificado como parte de una investigación posterior sobre RAP, AASHTO T319-15 “Standard Method of Test for Quantitative Extraction and Recovery of Asphalt Binder from Asphalt Mixtures”, este se encuentra limitado a aproximadamente 1000 [gr] de mezcla asfáltica para minimizar los efectos del envejecimiento que podrían ocurrir durante el proceso. De los ensayes mencionados anteriormente, es común que los más utilizados sean aquellos que emplean el evaporador rotatorio como equipo principal. El método Abson puede alterar significativamente las propiedades del ligante RAP recuperado, según lo descrito en el manual MS-2 “Asphalt Mix Desing Methods” del Instituto

del Asfalto de los Estados Unidos, por lo tanto, no se recomienda para efectos de recuperaciones de ligante en pavimentos asfálticos reciclados.

3.2 NORMAS Y MÉTODOS UTILIZADOS EN ESPAÑA

En los procedimientos de recuperación de ligantes asfálticos en mezclas se utilizan las normas UNE (Una Norma Española), muchas de ellas han sido adoptadas de las normas europeas (EN), pasando a denominarse UNE-EN. Los métodos vigentes en este país son: UNE-EN 12697-3 2013 “Mezclas bituminosas. Métodos de ensayo para mezclas bituminosas en caliente. Parte3: Recuperación de betún. Evaporador Rotatorio” y su próxima modificación PNE-EN 12697-3 2013/prA1 “Mezclas bituminosas. Métodos de ensayo. Parte3: Recuperación de betún. Evaporador Rotatorio”, además de la UNE-EN 12697-4 2015 “Mezclas bituminosas. Métodos de ensayo. Parte 4: Recuperación de betún: Columna de fraccionamiento”. A continuación se presenta una breve descripción de las normas mencionadas:

3.2.1 Norma UNE-EN 12697-3 2013

El ligante es separado de la muestra por disolución en diclorometano (u otro disolvente adecuado). Luego los sólidos insolubles son retirados de la solución y el ligante es recuperado mediante destilación en vacío, utilizando evaporador rotatorio.

Aparatos:

a) Para la extracción del betún soluble:

- Un recipiente con cierre hermético en el que la muestra y el disolvente puedan ser agitados juntos, u otro aparato definido en la Norma Europea EN 12697-1.
- Centrifugadora de tubos de muestra, capaz de desarrollar una aceleración de al menos 15.000 [m/s²].
- Centrifugadora continua de laboratorio, que admita una alimentación continua del material y que pueda alcanzar una aceleración de 25.000 [m/s²].
- Filtro a presión, de tamaño adecuado.

- Bomba de aire, que suministre aire libre de aceite a una presión de 200 [kPa] aproximadamente.
- Provisión de papeles de filtro con un tamaño de retención mínimo de 11 [µm], para equipar el filtro a presión.

b) Para la destilación de la muestra:

- Evaporador Rotatorio, provisto de un matraz rotatorio que pueda funcionar bajo vacío.
- Matraz de evaporación de 1 [lt] de capacidad, resistente a la presión, fabricado de vidrio refractario y equipado con una junta de vidrio esmerilado.
- Baño de aceite, que pueda elevar la temperatura del aceite a los puntos de ebullición del solvente utilizado.
- Bomba de vacío, capaz de reducir la presión absoluta en un sistema estanco, según el solvente que se utilice.
- Dos manómetros, que indiquen el nivel de presión en el aparato de destilación.
- Termómetro, con rango de temperaturas de 100 [°C] a 200 [°C] con precisión de ± 0,5 [°C].
- Un recipiente de vidrio, de fondo plano, de 2 o 3 [lt] de capacidad. Se considera adecuada una botella Winchester.

Disolvente y otros materiales:

- Diclorometano (cloruro de metileno) u otro disolvente adecuado.
- Vaselina o glicerol, para sellar juntas de vidrio.
- Gel de sílice, que pase por el tamiz de 0,063 [mm].

Procedimiento (Descrito para Diclorometano):

Para la extracción del betún y separación de las materias insolubles:

- En un recipiente colocar una cantidad de mezcla bituminosa suficiente. Añadir alrededor de 1.500 [ml] de diclorometano y gel de sílice suficiente para que absorba el agua presente en la muestra. Agitar el contenido hasta que el árido esté limpio.

- Dejar reposar la solución por 10 [min], decantar a través del tamiz de 0,063 [mm] y retirar la materia insoluble que quede, utilizando los procedimientos a) y b) siguientes.

a) Separación por centrifugación

La materia insoluble es eliminada de la solución mediante centrifugación, con a lo menos 15.000 [m/s²] de aceleración durante 20 ± 5 [min] si se utiliza una centrifugadora de tubos o haciendo pasar la solución a través de una centrifugadora de flujo continuo. En este último caso la aceleración mínima debe ser 25.000 [m/s²] y el sistema de descarga no debe exceder de 150 [ml/min].

b) Separación por filtración

- Se coloca el papel de filtrar en el filtro a presión. Se hace pasar la solución a través del papel a una presión que no sobrepase de 200 [kPa]. No se permite ayuda a la filtración.
- La solución bituminosa se vierte en un recipiente de vidrio y se mantiene en la oscuridad hasta el momento de la destilación, este tiempo no puede exceder las 24 [hr].

Para la destilación:

- Se hace pasar el agua a través del condensador.
- Girar el matraz de evaporación a 75 ± 15 [rpm] y sumergirlo en el baño de aceite.
- Elevar la temperatura del baño hasta 85 ± 5 [°C] y reducir la presión del equipo hasta 85 ± 5 [kPa].
- Abrir la válvula de admisión y dejar que la solución pase al matraz de evaporación, el volumen no debe exceder los 400 [ml] o que la presión sea inferior a 80 [kPa].
- Si se aprecia humedad en la superficie de la solución, tomar las medidas necesarias para impedir que esta penetre en el matraz de evaporación.
- Se vacía el matraz de recuperación según convenga.
- Una vez que toda la solución bituminosa haya entrado en el matraz evaporador, elevar la temperatura del baño hasta 150 ± 5 [°C]. Aislar la bomba de vacío y dejar

que la presión alcance lentamente la presión atmosférica o 2 [kPa], durante un periodo de 5 [min] ± 30 [seg].

- Este procedimiento se logra mejor mediante el uso de una toma auxiliar en la línea de aire (ver fig. 3-1) para asegurar que este no sea dirigido con fuerza hacia la superficie del betún. Es necesario insertar nitrógeno en lugar de aire para evitar que el betún envejezca mientras se disminuye la presión.
- Continuar con la destilación hasta la total evaporación del disolvente y no se observe burbujeo del betún.
- El solvente destilado se vacía del matraz de recuperación.
- En el caso de presión atmosférica, se reduce gradualmente la presión en el aparato hasta alcanzar 2 ± 0,2 [kPa] durante un periodo de 3 [min] ± 30 [seg].
- La temperatura y la presión se mantienen en 150 ± 5 [°C] y 2 ± 0,2 [kPa] respectivamente, hasta que no se observe burbujeo.
- Si el betún sigue burbujeando luego de 10 [min], que puede ocurrir con algunos betunes muy duros, mantener la presión 2 ± 0,2 [kPa] y aumente la temperatura a 175 [°C] ± 5 [°C] hasta que todo el burbujeo haya cesado.
- Una vez detenido el burbujeo, mantenga las condiciones de temperatura y presión de 175 [°C] ± 5 [°C] y 2 ± 0,2 [kPa] o 150 ± 5 [°C] y 2 ± 0,2 [kPa], por otros 10 [min].
- Parar la rotación del matraz y permitir que la presión dentro del aparato suba lentamente a la atmosférica, esto se logra mediante el uso de una línea de aire que asegure que este no sea dirigido con fuerza sobre el betún caliente, insertar nitrógeno para evitar que el betún envejezca durante el proceso.
- Levantar el matraz del baño, limpiar el exterior y vaciar la muestra en un recipiente conveniente.

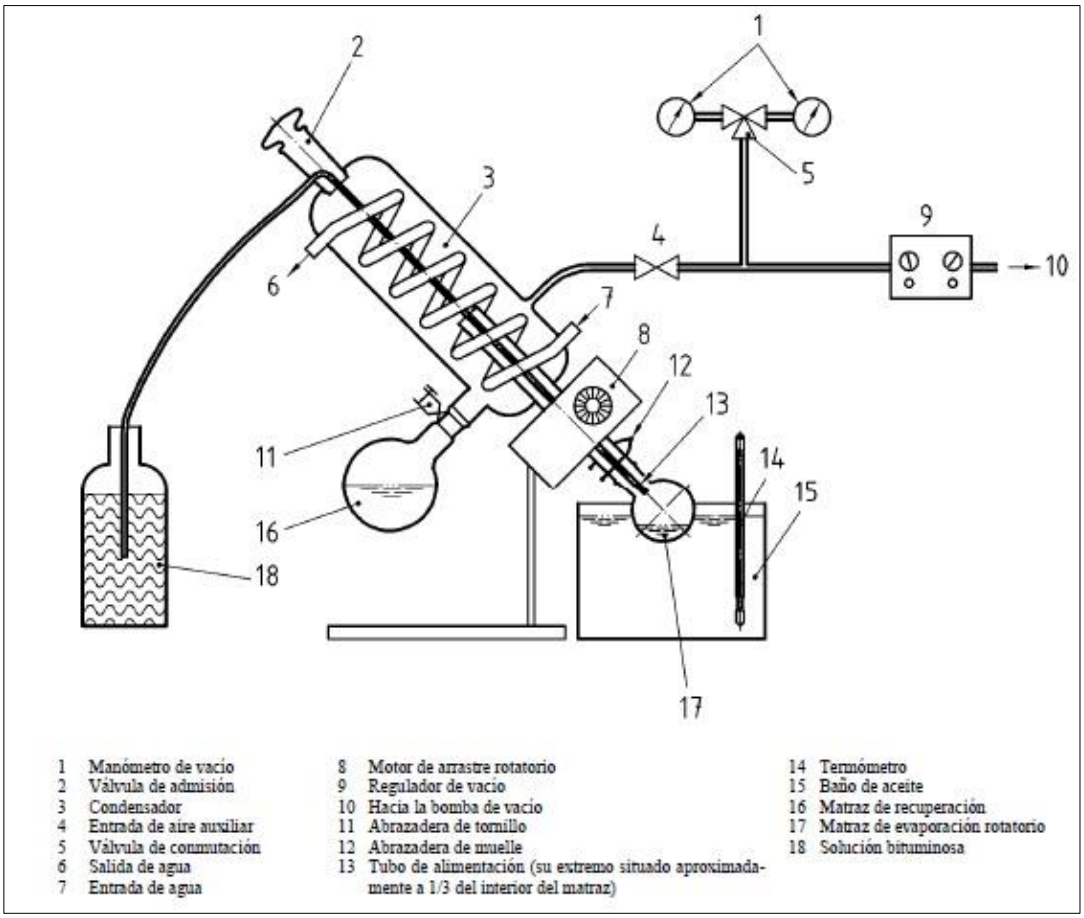

Figura 3-1: Esquema típico de un Evaporador Rotatorio *[12]*

3.2.2 Norma UNE-EN 12697-4 2015

Los aparatos y el método de extracción que permiten separar el agregado se encuentran descritos en punto 3.2.1 Norma UNE-EN 12697-3 2013. Se describe a continuación el procedimiento para la destilación de la solución.

Aparatos:

- Un matraz de 500 [ml] de capacidad, de vidrio resistente al calor y equipado con un adaptador de vidrio de tres cuellos. El cuello central se utiliza para acomodar un agitador (ver Fig. 3-1) o un tubo de vidrio de 4 a 6 [mm] de diámetro interno para que el dióxido de carbono circule a través del matraz cuando sea necesario. Un embudo de decantación de 250 [ml] con tapón esmerilado se instala en uno de los

cuellos laterales. El otro cuello se conecta a la columna de fraccionamiento seguida por un condensador de vidrio refrigerado por agua y un receptor. La columna de fraccionamiento debe ser del tipo Dufton o Vigreux con una longitud efectiva de 300 a 400 [mm] y puede revestirse con camisa de vacío. El sistema receptor incluye una llave con la cual puede aislarse del condensador. Las conexiones deben hacerse por medio de juntas de vidrio esmerilado.

- Baño de aceite, capaz de elevar la temperatura del aceite a 100 [°C] por encima del punto de reblandecimiento del bitumen recuperado o 175 [°C], la que se más alta, equipado con un termómetro y un sistema para elevar y bajar el baño.
- Medidor de flujo con rango de 0 a 30 [ml/min] de dióxido de carbono a 15 [°C] de temperatura y 20 [kPa] de presión.
- Sistema adecuado para reducir la presión, por ejemplo una bomba de vacío accionada eléctricamente, provista de un manómetro que indique presiones con un rango de 10 a 100 [kPa].
- Termómetro, con rango de temperaturas de 100 a 200 [°C] con precisión de 0,5 [°C].

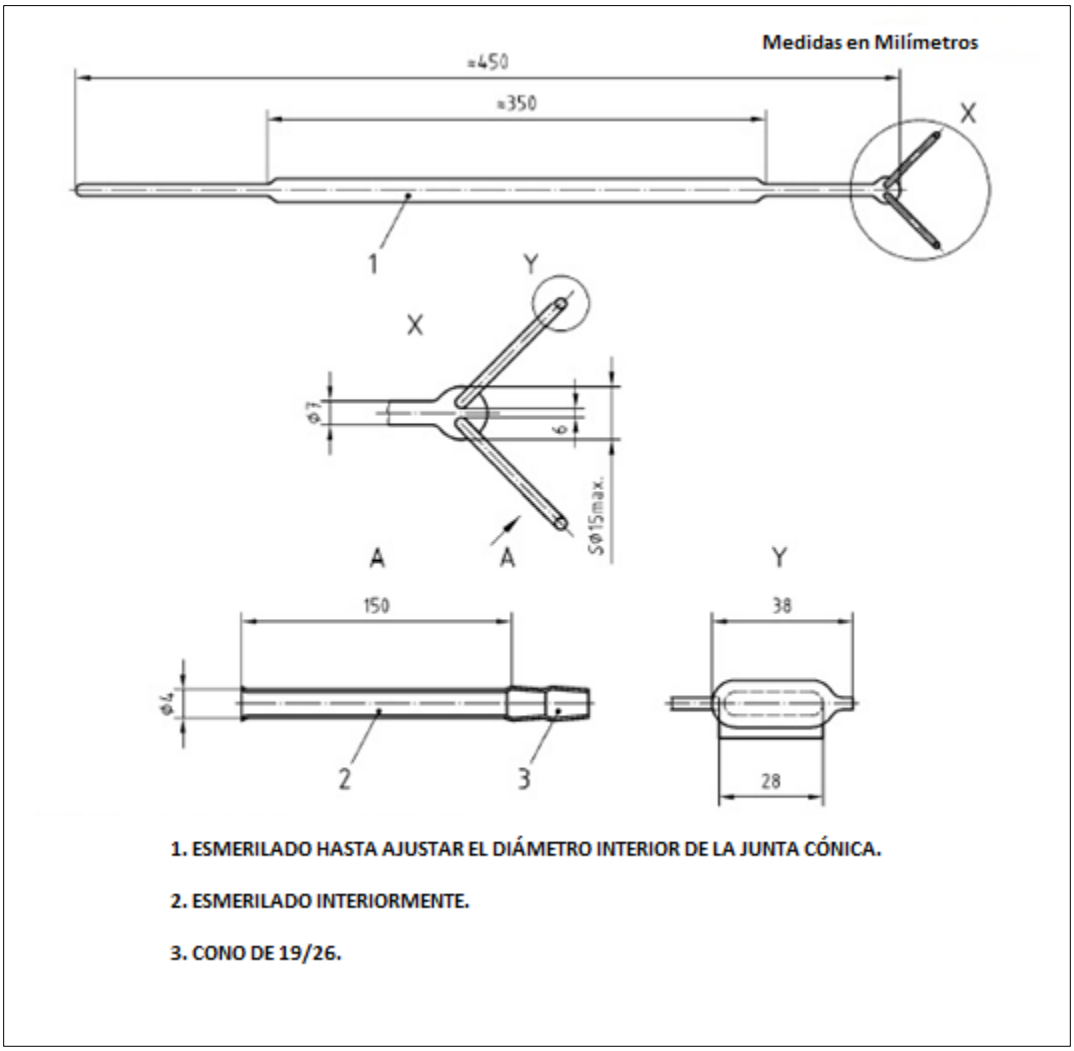

Figura 3-2: Agitador articulado de vidrio (Agitador todo de vidrio, con junta tamaño 19/26 o equivalente) *[13]*

Disolventes y otros materiales:

- Diclorometano u otro disolvente adecuado.
- Vaselina o glicerol, para sellar las juntas de vidrio.
- Gel de sílice, que pase por tamiz de 0,063 [mm].
- Dióxido de carbono, a presión, en cilindros con regulador.
- Vaso poroso, para evitar la formación de espuma repentina.

Procedimiento:

Comprobar el aparato de destilación en cuanto a la estanqueidad al aire, mediante el suministro de dióxido de carbono a través del tubo de alimentación. Reducir la presión del equipo hasta 20 [kPa], aislarlo de la fuente de presión y comprobar la estanqueidad al aire con un aumento de presión de 2 [kPa] durante un tiempo de 10 [min].

Reemplazar el tubo de suministro de gas por el agitador y agregar al matraz un vaso poroso. Introducir aproximadamente 100 [ml] de solución a través del embudo de decantación y agitarla mediante el agitador a 4 [r/s].

Aumentar la temperatura del baño de aceite a 100 ± 5 [°C]. Cuando se inicie la destilación, introducir lentamente más solución al matraz. No debe exceder en ningún caso los 250 [ml].

Cuando se haya agregado toda la solución de betún al matraz permitir que el contenido se concentre. Durante este proceso, aumentar gradualmente la temperatura del baño. Una vez que la destilación haya disminuido a aproximadamente 10 gotas por minuto, subir en un periodo de 20 a 30 minutos la temperatura del baño a 100 ± 5 [°C] por sobre el punto de reblandecimiento esperado para el betún o hasta 175 ± 5 [°C]. Usar esta última si no se conoce el punto de reblandecimiento.

Luego de que la velocidad de destilación sea de 3 a 4 gotas por minuto durante cinco minutos ajustar el baño de aceite para que la muestra quede sumergida entre 10 y 20 [mm]. Conectar el suministro de dióxido de carbono posicionando el extremo del tubo a menos de 5 [mm] del fondo del matraz. Vaciar el matraz receptor.

El flujo de dióxido de carbono se ajusta a 10 [ml/min] y se reduce la presión a 20 [kPa] en un periodo de 10 a 15 minutos.

Mantener la temperatura del baño, la presión y el flujo de dióxido de carbono por 45 [min]. Después de este tiempo, aislar el aparato de la fuente de presión y permitir que la presión aumente hasta alcanzar la presión atmosférica. Mantener el flujo de dióxido de carbono durante el proceso.

Permitir que la columna de fraccionamiento se drene y retirar el matraz. Vaciar el contenido a un recipiente adecuado.

Con el objetivo de evitar el endurecimiento del bitumen, realizar el procedimiento total de extracción y recuperación dentro de las 24 [hr].

3.3 NORMAS Y MÉTODOS UTILIZADOS EN CHILE

La normativa por la cual se rigen los ensayos de recuperación de ligantes en nuestro país corresponde al Manual de Carreteras, los métodos se encuentran descritos en el volumen N°8 “Especificaciones y Métodos de Muestreo, Ensaye y Control”, numeral 8.302.58 “Asfaltos: Método de Recuperación del Ligante de Mezclas Asfálticas para su Caracterización”, que es una adaptación de la norma española NLT-353/85.

A continuación se hace una breve descripción de la norma:

3.3.1 Manual de Carreteras V8.302.58

En este método se describe el procedimiento para la recuperación y posterior caracterización del ligante de mezclas asfálticas. Es adecuado para ser aplicado a cementos asfálticos y asfaltos fluidificados, aunque con estos últimos los resultados obtenidos pueden ser menos precisos.

La norma indica dos procedimientos para la eliminación del disolvente luego de que este se utilice para extraer el ligante de la mezcla por medio de lavados, uno mediante columna de fraccionamiento y otro mediante el uso de evaporador rotatorio.

3.3.1.1 Método con Columna de Fraccionamiento

Una vez extraído el ligante de la mezcla mediante la utilización de diclorometano y separada la fracción mineral insoluble, la solución se concentra por destilación a presión atmosférica mediante columna de fraccionamiento. Los últimos restos de disolvente son eliminados llevando el concentrado a la temperatura de 175 [°C] y en una atmósfera de dióxido de carbono.

Aparatos:

- *Recipiente para la muestra*; de vidrio y boca ancha, de capacidad suficiente para agitar la muestra con el disolvente.
- *Centrífuga*; capaz de llegar a una aceleración mínima de 2.550 [gr].

- *Sistema de filtración*; Embudos de 200 [mm] de diámetro y papeles filtro redondos de velocidad y capacidad de carga media.
- *Aparato de destilación;* Montado según esquema indicado en Figura 3-3, con las conexiones esmeriladas y cuyas partes se indican a continuación:
    - *Unidad de destilación*; Formada por un matraz de vidrio resistente al calor y 500 [cm³] de capacidad, con una pieza adaptadora de tres bocas.
    - *Equipo de vacío*; capaz de proporcionar un vacío de 20 [kPa]. Puede ser una bomba de vacío.
    - *Manómetro*; para la medida del vacío.
    - *Baño de aceite*; con capacidad adecuada para el matraz de vidrio utilizado, calentado eléctricamente y provisto de termostato.
    - *Soporte regulable*; para apoyo del baño de aceite y con altura regulable.
    - *Termómetro*; de 0 a 200 [°C].
- *Disolvente*; Diclorometano.
- *Dióxido de carbono*, en botella a presión y con válvula de regulación acoplada.
- *Cloruro cálcico escoriforme.*
- *Caudalímetro*, graduado para caudales de carbono entre 0 y 30 [ml/min] a la presión de 10 [kPa].

Procedimiento:

- Para la preparación de la muestra es necesario colocar una cantidad suficiente de mezcla asfáltica en el recipiente, en ningún caso debe ser mayor a 250 [gr] de ligante soluble. Añadir aproximadamente 1.500 [cm³] de diclorometano y 5 [gr] de cloruro cálcico por cada gramo de agua contenido en la muestra. Todo el contenido se agita hasta que se haya disuelto todo el ligante.
- Dejar reposar la solución entre 10 y 30 [min], luego se separa por decantación la parte mineral no fina, a través de un tamiz de abertura conveniente. La separación

de finos y polvo puede realizarse mediante filtración o centrifugación, si se opta por esta última, la aceleración de la centrífuga deberá ser de mínimo 25.000 [m/s²].

- Durante la separación de la parte mineral, se debe tener extremo cuidado para evitar la condensación de humedad en la solución. Debe reducirse al mínimo la evaporación de diclorometano, por esto, es necesario mantener la solución en un recipiente cerrado hasta su destilación.
- Una vez lista la solución y antes de la destilación, debe comprobarse la impermeabilidad al aire del aparato de destilación. Montar el conjunto de acuerdo a Figura 3-3, sellar con vaselina o glicerina todas las juntas esmeriladas. Con la válvula de gas cerrada y todas las demás del aparato abiertas, reducir lentamente la presión desde la atmosférica hasta 20 [kPa]. Se cierra la válvula del manómetro que aísla el sistema de vacío y se comprueba que no existe aumento de presión en el manómetro.
- Para efectuar la destilación de la muestra es necesario introducir en el matraz dos o tres trozos de plato poroso.
- Vaciar en el matraz, a través del tubo de decantación 100 [cm³] de solución asfalto/solvente, aumentar la temperatura del baño hasta los 100 [°C]. Cuando se inicie la destilación, agregar pequeñas cantidades de solución por medio del embudo, mantener un volumen constante que no supere los 250 [cm³]. Una vez que la totalidad del extracto haya entrado en el matraz, continuar con la destilación para que extracto se concentre, dejar que la temperatura suba de forma natural, sin tocar los mandos de la calefacción.
- Cuando se aprecie una destilación de aproximadamente 10 gotas por minuto, aumentar gradualmente la temperatura (entre 20 y 30 minutos) a 175 [°C] o 100 [°C] por sobre el punto de ablandamiento del asfalto recuperado.
- Una vez que la velocidad de destilación se reduzca a 3 o 4 gotas por minuto durante cinco minutos seguidos, ajustar la altura del baño hasta que el nivel de aceite se encuentre entre 10 y 20 [mm] por sobre la solución del matraz.

- Abrir la válvula de dióxido de carbono e iniciar el flujo de dióxido de carbono a razón de 10 [cm³] por minuto, simultáneamente reducir la presión gradualmente a 20 [kPa]. Mantener esta condición por 45 [min].
- Finalizados los 45 [min], aislar el baño de aceite del matraz, cerrar la válvula que separa el aparato del sistema de vacío, manteniendo el flujo de gas hasta que el aparato alcance la presión atmosférica. Esperar hasta que la columna de fraccionamiento deje de gotear y que la muestra se haya enfriado lo suficiente para que no desprenda vapores, a continuación retirar el matraz, vaciar la mezcla a un recipiente apropiado para su almacenamiento y tapar.

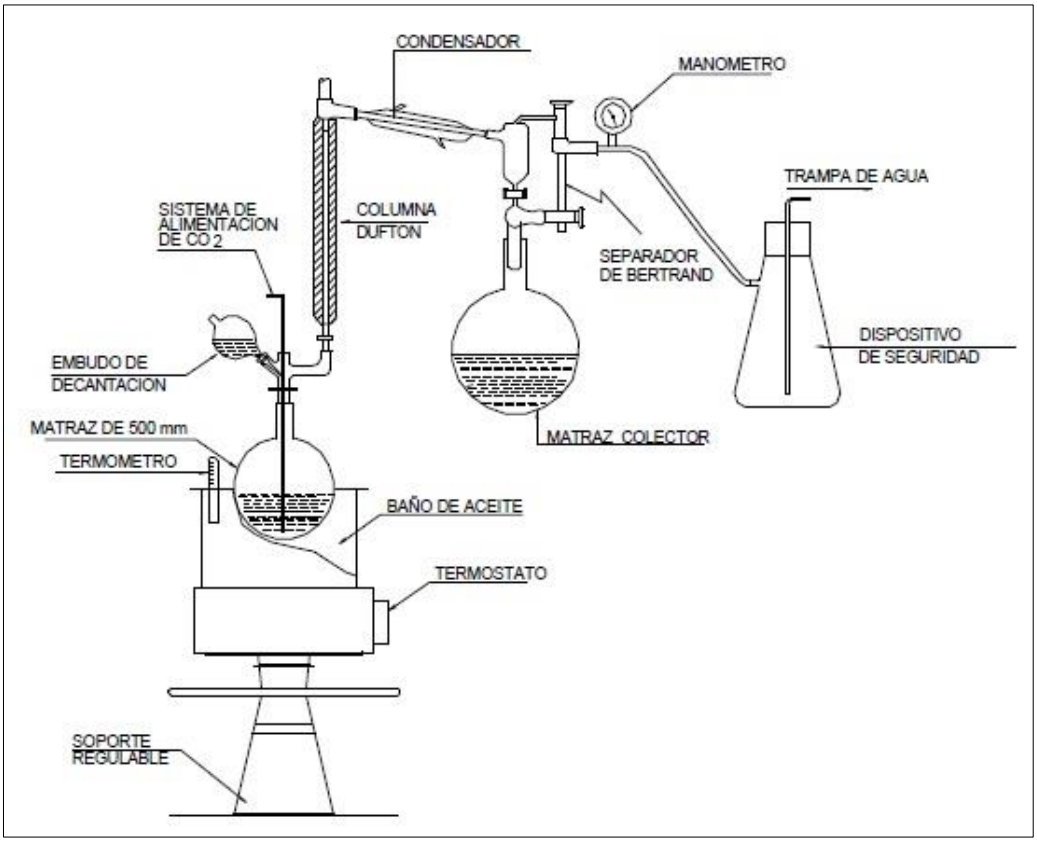

Figura 3-3: Esquema aparato destilación mediante Columna de fraccionamiento *[13]*

3.3.1.2 Método con Evaporador Rotatorio

El principio del método se encuentra descrito en punto 2.1.2.2 Evaporador Rotatorio, las diferencias más importantes entre la normativa chilena y las extranjeras tienen relación con

las temperaturas y presiones empleadas en el procedimiento, variables que dependen en su totalidad del solvente empleado y el lugar geográfico donde se realiza el ensayo.

A continuación se presenta una breve descripción del procedimiento que actualmente se realiza en los laboratorios nacionales:

Procedimiento:

- La preparación de la muestra se realiza colocando en un recipiente una concentración de 150 [gr] de betún en 1.000 [ml] de diclorometano. Se agita el contenido hasta que se haya disuelto todo el ligante.
- Dejar reposar la solución entre 10 y 30 [min], luego se separa por decantación la parte mineral no fina, a través de un tamiz de abertura conveniente. La separación de finos y polvo puede realizarse mediante filtración o centrifugación, si se opta por esta última, la aceleración de la centrífuga deberá ser de mínimo 25.000 [m/s^2].
- El conjunto del equipo de destilación se monta de acuerdo a lámina "Y", el recipiente que contiene la muestra se une mediante un tubo de goma al extremo del condensador, esto permite regular el ingreso periódico de la muestra al matraz de evaporación.
- Una vez montado el aparato, verificar su impermeabilidad, ajustar perfectamente las uniones y cerrar la válvula de admisión, comenzar a girar el matraz a una velocidad de 75 [rpm]. Poner en funcionamiento el sistema de vacío y reducir gradualmente la presión a 8 [kPa]. Bajo estas condiciones, aislar el equipo de destilación del sistema de vacío cerrando la llave correspondiente al manómetro y comprobar durante 5 [min] que no exista aumento de presión en este.
- Introducir en el matraz de destilación 350 [cc] de disolución y sumergirlo en el baño de aceite hasta enrasar con el nivel de la muestra.
- Calentar el baño de aceite a una temperatura de 40 ± 1 [°C], con una velocidad de rotación del matraz de 75 [rpm] y una presión de 50 [kPa].
- Mantener esta condición hasta que el volumen en el matraz se haya reducido a unos 100 [cc]. Abrir con precaución la llave admisión de muestra y dejar que fluya hacia

el matraz hasta reponer el nivel inicial. Repetir la operación hasta que el recipiente que contiene la muestra se vacíe.

- Cuando ya no se observe destilación de solvente en el condensador, aumentar de manera progresiva la temperatura del baño hasta los 160 [°C], siguiendo con una reducción progresiva de la presión hasta llegar a 8 [kPa]. La operación debe realizarse en unos 20 [min].
- Continuar con la condición del punto anterior por un periodo de 15 [min], al final del tiempo debe comprobarse que no exista burbujeo en la muestra. En caso contrario, continuar con la destilación por 5 [min] más, si la condición persiste, es necesario repetir todo el procedimiento.
- Finalizado el proceso de destilación, retirar el matraz del baño de aceite y reestablecer la presión atmosférica en el aparato. Desmontar el matraz y vaciar el contenido en un recipiente apropiado para su uso en los posteriores ensayos de caracterización.

4 TRABAJO EXPERIMENTAL

Este capítulo detalla el trabajo experimental realizado en laboratorio, describiendo de manera secuencial la experiencia que permite realizar la recuperación del ligante asfáltico proveniente de una mezcla de asfalto reciclado.

Es necesario precisar que esta memoria de título se inicia con la puesta en funcionamiento del equipo evaporador, cuyo estado inicial era de almacenamiento, debido a la falta de elementos esenciales para su uso.

4.1 PUESTA EN MARCHA DEL EQUIPO EVAPORADOR ROTATORIO

Para llevar a cabo esta investigación es necesario poner en funcionamiento uno de los equipos evaporadores rotatorios con los que cuenta LEMCO, es así que una de las primeras tareas consiste en realizar un catastro con las piezas que son necesarias para que el aparato opere de manera normal y también de los materiales adicionales para montar de manera completa el sistema de vacío.

4.1.1 Estado Inicial del Equipo

El equipo que se encuentra a disposición corresponde a un Evaporador Rotatorio modelo R-210, cuyos detalles se encuentran descritos en punto 2.1.2.4 Descripción del equipo. Además se cuenta con un baño calefactor modelo B-491 que permite el uso de agua y aceite, pudiendo alcanzar temperaturas que van de 20 a 180 [°C]. Ambos aparatos son de la marca suiza BÜCHI.

4.1.2 Adquisiciones para Completar el Sistema

Se adquieren seis repuestos que sirven para completar el sistema rotovapor: Sonda de temperatura de vapor, encargada de medir la temperatura del vapor que se introduce en el condensador; un conjunto de válvulas, que sirve como separador para recoger pequeñas cantidades de líquido que podrían haberse condensado en el tubo de vacío; la botella de Woulff, que actúa como recipiente de seguridad en caso que se produzca una destilación impura del condensado; un matraz evaporador de 1.000 [ml] para recibir la muestra asfalto/solvente; un set de tapas roscas GL-14, que sirven de conexión para los tubos de agua y vacío; y una manguera de silicona de 6 [mm] de diámetro para permitir la circulación

de agua por el equipo. De manera complementaria es necesaria la compra de los siguientes materiales: aceite de silicona para el baño y grasa de silicona necesaria para sellar las juntas esmeriladas del equipo.

Para llevar a cabo la evaporación del solvente es necesario montar un sistema de vacío que funcione de manera óptima, este es uno de los puntos de mayor importancia ya que el vacío reduce la temperatura de ebullición del solvente, cuidando el producto que se quiere recuperar. En este caso se evita el envejecimiento prematuro del ligante al usar temperaturas menores a las que serían necesarias sin la utilización de presión de destilación (vacío). No se utiliza la bomba de vacío tradicional que recomienda el fabricante (ver Fig. 4-1), debido a su condición plástica y desechable, está propensa a fallar por el efecto adverso que presentan los solventes al momento de ser evaporados, en su lugar, se emplea una bomba metálica a la cual se le incorpora un vacuometro de glicerina para medir el vacío. A través de la práctica, el laboratorista ha demostrado que utilizar este tipo de bombas de vacío no afecta de manera alguna en los resultados obtenidos.

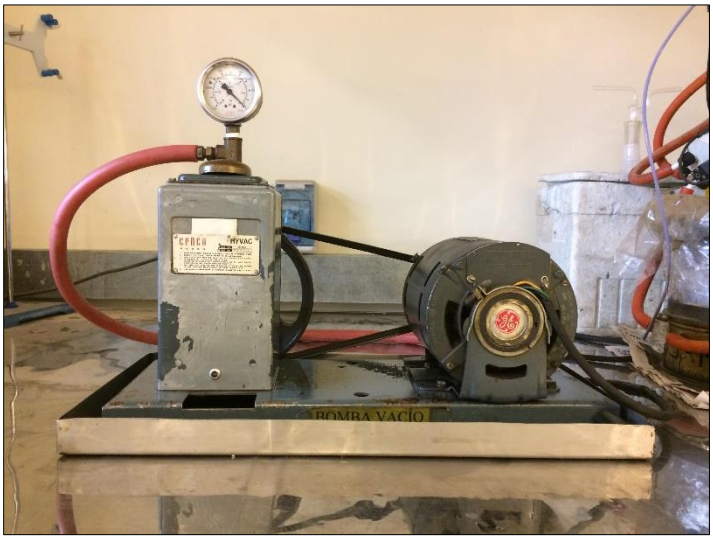

Figura 4-1: Bomba de vacío utilizada durante las recuperaciones

Al evaporarse el solvente, es inevitable que este se desplace a través de las mangueras de vacío desde el condensador hacia la bomba, para reducir esta circulación, se hace necesaria la instalación de dos estaciones de condensación (ver Fig. 4-2), que tienen por

objetivo atrapar el solvente que no logra llegar al matraz condensador que incluye el rotovapor. Estas estaciones están constituidas por un matraz Erlenmeyer de 1.000 [ml] con cabezal de frasco lavador, un recipiente térmico de tamaño adecuado para contener al matraz, dióxido de carbono en estado sólido, mangueras para vacío con diámetro interior de 8 [mm] y una llave de paso de tres vías, utilizada en la conexión bomba/rotovapor. Estos elementos también debieron adquirirse, completándose así el equipo de vacío.

Figura 4-2: Estaciones de Condensación

Las normas ASTM D5404/D5404M-12 y ASTM D7906-14 utilizadas en esta memoria de título, exigen la utilización de nitrógeno o dióxido de carbono durante el desarrollo de sus métodos, por lo tanto, también es necesario implementar un sistema que permita la inyección del gas al equipo evaporador. Para esto se adquiere un cilindro de nitrógeno gaseoso y un regulador de flujo capaz de indicar tanto el contenido del cilindro como el flujo de salida. De manera adicional se incorpora un flujómetro digital GLF-1000 capaz de medir flujos menores a 1.000 [ml/min], con esto es posible ajustar la salida de gas según lo requerido por las normas (entre 500 y 600 ml/min).

4.1.3 Montaje del Sistema

Antes de iniciar con el ensamblaje del sistema es indispensable encontrar una ubicación adecuada, al trabajar con solventes de alta toxicidad, se produce la emanación de vapores que resultan ser perjudiciales para la salud, por lo tanto, se hace obligatorio tener un método de ventilación. Para estos efectos, el laboratorio de asfaltos de LEMCO se encuentra equipado con campanas de extracción y ventiladores, además de la ventilación propia del diseño del edificio. Se escoge un área junto al evaporador rotatorio existente que cumple con las condiciones descritas.

Se coloca el equipo sobre el mesón con una superficie estable, plana y horizontal y se posiciona el baño sobre la placa base del Rotovapor. Las piezas de mayor tamaño como el condensador, el sistema de reflujo y controlador de vacío ya se encontraban ensambladas, así entonces, se continua con la instalación de los matraces, botella de Woulff y cables de poder, elementos que solo deben ser encajados, siguiendo con los tubos de agua de refrigeración y los tubos de vacío. Para esto se conectan las mangueras de silicona de 6 [mm] con las conexiones GL-14, las que luego se enroscan en la botella de condensación (ver Fig. 4-3). Una de las mangueras se conecta por un extremo a la salida de la llave de agua.

Figura 4-3: Conexión de mangueras de agua y vacío al Evaporador Rotatorio

Para llevar a cabo el montaje del equipo de vacío, se ubica la bomba junto al equipo rotovapor y se le adiciona el vacuometro de glicerina, también se hace la conexión bomba-rotovapor por medio de las mangueras de vacío. En este instante es donde se arman las dos estaciones de condensación, esto se hace uniendo un extremo de la manguera de vacío al cabezal del matraz Erlenmeyer, el que se acopla en serie a otro matraz siguiendo el mismo principio, de manera sucesiva, se conectan las estaciones a la llave de paso de tres vías y luego al evaporador rotatorio.

La vía para inyectar el nitrógeno se configura posicionando el cilindro contenedor en un costado del mesón de trabajo, en la boquilla de salida se instala el regulador de flujo mediante una copla de calce y se verifica que no existen fugas en la unión. Debido a que la graduación del regulador no permite medir flujos tan menores como los requeridos por las normas, se conecta en serie un flujómetro de bola (ver Fig. 4-4) que sí tiene facultad de

hacerlo. La combinación de ambos aparatos logra que la regulación del flujo de salida sea la óptima para cumplir con lo requerido.

Figura 4-4: Conexión de flujómetro de bola a Evaporador Rotatorio

4.1.4 Prueba en Blanco y Ajuste del Funcionamiento

Una vez que el sistema completo se encuentra montado, se hace el primer testeo para verificar que todo funcione en óptimas condiciones y realizar los ajustes correspondientes en caso contrario. Para esto se utiliza un ligante asfáltico de prueba y se realiza el procedimiento siguiendo lo estipulado en la norma.

- En primer lugar se encienden todos los componentes, rotovapor, controlador de vacío, baño calefactor y bomba de vacío comprobando que todos funcionen correctamente.
- Se regulan la temperatura del baño y también la velocidad de rotación del matraz evaporador.

- Se sellan con gel las juntas esmeriladas de vidrio del matraz de evaporación y el matraz de destilación, además de las juntas del cabezal de los matraces Erlenmeyer.
- Con la válvula de admisión cerrada, se reduce la presión del aparato, se aisla el rotovapor del sistema de vacío y se verifica que la presión no varíe por alrededor de 5 [min].
- Se abre la llave y se hice circular el agua a través del condensador.
- Para verificar el funcionamiento del sistema de gas se abre la válvula de paso del cilindro de nitrógeno y posteriormente la perilla del regulador. Como no se tiene conocimiento del flujo de gas que en ese minuto circula por el aparato, se instala un medidor de flujo digital, con el que se logra llegar a una salida de gas conforme a la norma.
- Una vez que se logra corregir las fallas tales como incorrecta estanqueidad al aire, salida de nitrógeno incorrecta y mangueras con uniones inadecuadas, se comienza a trabajar con la muestra de prueba.
- Se ajustan la temperatura y presión de vacío, se vierte la solución dentro del matraz evaporador y se ajusta la velocidad de rotación.
- Se introduce el matraz dentro del baño y comienza de inmediato el proceso de destilación.
- Transcurrido el tiempo de la destilación primaria, se ajustan nuevamente las variables temperatura y presión, y se comienza con la segunda fase de destilación, en esta oportunidad se comienza a inyectar el gas inerte.
- Finalizado el proceso, se llega a la conclusión que el equipo se encuentra en óptimas condiciones para realizar los ensayos de la investigación.

4.2 ENSAYOS DE RECUPERACIÓN DE LIGANTE ASFÁLTICO

La investigación contempla la recuperación del ligante asfáltico proveniente de una muestra de RAP, utilizando dos métodos descritos por la ASTM y que se diferencian en el solvente

utilizado. A continuación se presentan en detalle los procedimientos realizados en conjunto y con la supervisión del personal de LEMCO.

4.2.1 Selección de la Muestra de RAP

La muestra de pavimento asfáltico reciclado se obtuvo de los acopios de la empresa BITUMIX, ubicada en calle Cerro Sombrero #1020, Maipú, Región Metropolitana. No se tiene registro sobre el origen de la misma.

4.2.1.1 Método 1: ASTM D5404/5404M-12

4.2.1.1.1 Acondicionamiento de la muestra

La muestra de RAP tomada de los acopios corresponde a cinco recipientes plásticos de 100 [lt], por lo tanto, se hace necesario reducir la muestra por cuarteo, tomando cantidades similares de cada envase. Es necesario conocer la cantidad final de ligante que se necesita para realizar los ensayos de caracterización, en base a esto se inicia la primera fase, vaciando en una carretilla y de manera proporcional una porción del contenido de cada tarro. Se hace un mezclado para homogeneizar el material hasta formar una pila en forma de cono, esta operación se repite cuatro veces. Luego se distribuye una palada de material de manera uniforme sobre la superficie, repitiéndose este paso hasta que todo el material forme un montón plano y ancho con espesor relativamente similar. Con el cuarteador metálico se divide el montón en cuatro partes iguales, dos cuartas partes opuestas se remueven y se colocan en el interior de recipientes metálicos, con una brocha se retira también el material fino a la vista. Este procedimiento se reitera con la porción restante del agregado hasta que se obtienen 61,7 [kg] de muestra.

Una vez que se tiene la cantidad de RAP necesaria, esta se seca en un horno a temperatura de 110 ± 5 [°C] para eliminar cualquier rastro de humedad. Cuando se ha secado, se retira la muestra del horno y se almacena en bolsas de plástico selladas, cada una con 6 [kg] aproximadamente, evitando la absorción de agua.

Figura 4-5: Cuarteo de la muestra

4.2.1.1.2 Extracción de la muestra

La extracción del árido grueso de la muestra se inicia tarando un recipiente metálico sobre una balanza y pesando en su interior la cantidad de 3 [kg], para luego vaciarla en el tazón de la centrífuga que se encarga de separar la parte gruesa del árido. Luego se cubre la porción con diclorometano y el tazón con un anillo de papel filtro, luego se ajusta firmemente la tapa y se deja reposar el contenido por 1 [hr], permitiendo que los áridos se laven. Finalizado el tiempo y para comenzar con el proceso de centrifugación, se coloca un vaso precipitado de 2.000 [ml] en la boquilla de drenaje de la centrífuga para recoger el extracto. Se inicia lenta y gradualmente la centrifugación hasta alcanzar una velocidad de 3600 [rpm], se detiene una vez que el solvente deja de fluir por la boquilla. Es necesario un segundo lavado, adhiriendo 800 [ml] de diclorometano a la muestra a través del orificio superior del equipo, para recuperar la mayor cantidad posible de asfalto, esta vez, el tiempo de reposo es de media hora, concluido el tiempo se enciende nuevamente la centrífuga siguiendo la misma metodología. Detenida la máquina, se retira el tazón y también los áridos de su interior, es necesario limpiarlo con una brocha para retirar los residuos. El extracto recuperado se almacena en un recipiente plástico de 20 [lt] de capacidad.

El procedimiento anterior se repite en ocho oportunidades siguiendo los mismos estándares para cada uno de ellos, en total se remojan y centrifugan 24 [kg] de RAP.

Después de separar el contenido grueso de la solución, se debe extraer también la materia mineral presente, para esto se utiliza la centrifuga de finos (Fig. 4-6), dispositivo de alta velocidad con flujo continuo.

Este equipo posee un vaso en forma cilíndrica que se inserta en su interior y permite verter en él la solución. Se instala un papel filtro en el interior del vaso, cubriendo toda su superficie interior, luego se inserta en el interior de la centrífuga y se ajusta firmemente la tapa. Bajo el orificio de desagüe se coloca un envase plástico de 20 [lt] para recibir el contenido filtrado. Una vez encendida la centrífuga, se comienza a vaciar la solución de manera lenta y continua por la abertura superior hasta agotar toda la muestra. Al no observarse goteo en la salida, se apaga el equipo y se retira el papel filtro en su interior. El contenido de finos atrapado resulta ser una capa gruesa, por lo tanto, se realizan dos centrifugaciones más para eliminar toda la fracción mineral.

La solución obtenida del proceso de extracción se vierte en recipientes metálicos, se introduce dentro del horno a una temperatura de 40 [°C] y se deja reposar por 12 [hr], así se logra evaporar una gran cantidad de solvente permitiendo que la muestra se concentre.

Figura 4-6: Equipos centrífugos utilizados

4.2.1.1.3 Recuperación de la muestra

Antes de comenzar con el proceso de recuperación del ligante, se realiza una verificación del funcionamiento de todos los componentes del sistema, se encienden el rotovapor, el baño calefactor y la bomba de vacío. Aunque la norma ASTM aplicada no especifica recomendaciones sobre la preparación del equipo, se tomaron las consideraciones de la norma europea para este efecto, así entonces se corrobora la correcta estanqueidad del

equipo; se sellan con un mínimo de grasa siliconada las juntas esmeriladas que poseen los matraces de evaporación y destilación, se recomienda utilizar la menor cantidad de grasa siliconada posible en el proceso de sellado de las juntas, existe la posibilidad de que con el aumento de la temperatura en el equipo, esta escurra hasta el matraz evaporador y contamine la muestra. A continuación se cierra la válvula de admisión, se hace girar el matraz de destilación a la velocidad de 45 [rpm] y se aumenta en forma gradual el vacío hasta 210 [mbar], con estas condiciones se aisla el aparato de destilación del sistema de vació y se comprueba durante 5 [min] que no existe aumento de presión en el manómetro. También se evalúa que la temperatura del baño sea uniforme en todo el interior, en especial a la profundidad hasta la cual se sumerge el matraz, para esto se utiliza un termómetro ASTM 7C, cuyo rango va de -2 a 300 [°C] ± 1 [°C], la prueba es positiva, el baño logra calentar de manera coincidente todo el aceite de silicona.

Se retiran del horno los recipientes metálicos que contienen la muestra y una porción de esta se vierte en un recipiente de vidrio de 2.000 [ml] graduado, así se logra controlar la cantidad que es ingresada al matraz de evaporación.

La primera fase de la destilación comienza con el baño de aceite a una temperatura de 140 [°C], luego se hace circular el agua fría a través de las mangueras del condensador, se aplica una presión de 960 [mbar] y se abre la válvula de admisión para permitir el ingreso de la solución al matraz evaporador. La muestra no circula y por lo tanto se reduce la presión manualmente hasta llegar a un valor que permita el correcto flujo. Se depositan 600 [ml] de solución en el matraz y posteriormente se ajusta la presión, devolviéndola al valor inicial. Se cierra la válvula de ingreso, luego se retira la línea de admisión del equipo y en su lugar se conecta el tubo a través del cual se inyecta nitrógeno a razón de 500 [ml/min], flujo previamente ajustado utilizando un flujómetro digital. Al conectar este tubo en la misma boquilla por donde ingresa la muestra, se logra que el gas llegue al interior del matraz evaporador.

Se comienza a girar el matraz de evaporación a una velocidad de 40 [rpm] y se sumerge en el baño hasta enrasar la muestra con el nivel de aceite, se hace muy importante seguir el orden impuesto por la norma, la que indica en primer lugar verter el solvente en el matraz y luego sumergirlo, en caso contrario, se puede provocar una evaporación no controlada y

a gran velocidad. Con el contenido en el matraz, se aprecian de inmediato gotas de solvente en el condensador. A medida que la cantidad de solución en el matraz de evaporación disminuye y se aprecia un goteo mínimo en el condensador, se añaden 600 [ml] adicionales, para esto se interrumpe el flujo de nitrógeno y se retira la manguera, se incorpora la línea de admisión nuevamente. El tiempo entre adiciones es de aproximadamente de 30 [min]. Este procedimiento se repite hasta que se tiene una cantidad que llega al límite de la capacidad del matraz.

Es necesario retirar en dos ocasiones el contenido de la botella de Woulff por la gran cantidad de solvente que llega hasta ella, si bien este paso no se encuentra descrito en la norma, la experiencia del laboratorio con recuperaciones anteriores igualmente masivas lo recomienda. Para esto se libera la presión del equipo y se retira la botella de Woulff, de igual forma también se vacía el contenido de solvente atrapado en el matraz de condensación. Realizada la operación, se ajusta la presión de vacío a 960 [mbar] y se puede continuar con el ensayo.

Una vez que la condensación de solvente es imperceptible, se inicia la segunda fase de la destilación, para ello se sumerge el matraz hasta la profundidad máxima y se disminuye de manera gradual la presión hasta llegar a 210 [mbar]. Esta operación se prolonga durante unos 15 [min], ya que si se intenta en una sola etapa se provocaría un flujo de retorno de la solución y se interrumpiría el ensayo. Es necesario liberar el vacío en 2 oportunidades porque se aprecia la formación de espuma y burbujeo en conjunto con el aumento de volumen del contenido.

Cuando finalmente se logra llegar de manera estable a la presión de vacío indicada, se aumenta el flujo de nitrógeno a 600 [ml/min] y la velocidad de rotación del matraz de evaporación a 45 [rpm]. La supervisión del equipo es necesaria en todo momento, con el fin de evitar el reflujo de la solución. Estas condiciones se mantienen durante un periodo de 10 [min] cronometrados.

Finalizado el periodo de 10 [min], se libera el vacío, se detiene la rotación del matraz y se retira del baño, luego se vierte el contenido en un recipiente para muestras. Para lograr recuperar la máxima cantidad de asfalto, se invierte el matraz y se sitúa sobre una

plataforma dentro del horno previamente ajustado a una temperatura de 165 [°C] durante 15 [min].

En el entretiempo se posiciona en el equipo un nuevo matraz evaporador para continuar recuperando el resto de la solución. Se utilizan los mismos patrones para repetir el procedimiento y se logra recuperar cerca de 1 [kg] de asfalto. La muestra es etiquetada y guardada para su posterior caracterización.

La bomba de vacío utilizada debe permanecer encendida por un periodo de tiempo, en el que se logre evaporar todo el solvente que no pudo ser atrapado en las estaciones de condensación y que se almacena en su interior.

4.2.1.2 Método 2: ASTM D7906-14

4.2.1.2.1 Extracción de la muestra

Al igual que el método anterior, antes de iniciar con la recuperación del ligante, es necesario separarlo del árido. Se realiza el proceso de extracción según lo indicado a continuación. Debido a que la separación de la muestra se realiza utilizando tolueno como disolvente, todo el proceso se ejecuta al aire libre como medida de precaución.

Se montan los equipos centrífugos sobre mesones previamente nivelados y el proceso se lleva a cabo siguiendo la metodología del punto 4.2.1.1.2 Extracción de la muestra, con la única diferencia que el disolvente utilizado corresponde a tolueno de grado ACS sin 1,2-epoxibutano como estabilizante.

Una vez finalizado el proceso de extracción, la solución se almacena en recipientes metálicos y se introduce en el horno a una temperatura de 110 [°C], permitiendo la evaporación de un porcentaje de tolueno y la concentración de la solución.

4.2.1.2.2 Recuperación de la muestra

Previo al inicio del proceso de recuperación, se efectúa una verificación del funcionamiento de todos los componentes del sistema: rotovapor, baño calefactor y bomba de vacío. Luego se hace necesario corroborar la adecuada estanqueidad al aire del equipo. Al igual que en el método 1, se sellan las juntas esmeriladas de los matraces con una cantidad mínima de grasa siliconada. Se cierra la válvula de admisión, se hace girar el matraz de destilación a

la velocidad de 40 [rpm] y se aumenta en forma gradual el vacío hasta 67 [mbar], bajo estas condiciones se aisla el aparato de destilación del sistema de vació y se comprueba durante 5 [min] que no haya aumento de presión en el manómetro. Al no tener variaciones, el equipo se encuentra en óptimas condiciones y se comienza con la destilación.

Se calienta el baño a una temperatura de 150 [°C] y mediante un termómetro ASTM 7C se constata que la temperatura sea uniforme en todo el interior. En este momento se hace circular el agua a través del condensador.

La solución asfalto-tolueno se vacía en un matraz Kitasato de 2.000 [ml], dentro del cual también se introduce la línea de admisión que permite el paso de la muestra hacia el matraz de evaporación. Se aplica un vacío de 720 [mbar], se abre la válvula de admisión y no se obtiene el flujo esperado, se reduce la presión lentamente hasta llegar a un valor que si lo permita y se vierten 300 [ml] de disolución. Luego se ajusta la presión de vacío al valor inicial. Es de suma importancia que el matraz se encuentre sin sumergir, tal como se expuso en el método 1, si el frasco evaporador se encuentra sumergido, la evaporación se efectuará a gran velocidad y sin control.

Se ajusta la velocidad del matraz de rotación a 40 [rpm] y se introduce en el baño de aceite, dejando a un mismo nivel aceite y solución. Según indica la norma, en este momento se aumenta el vacío hasta 450 [mbar], esto se hace de manera gradual, para evitar el burbujeo y el posible reflujo de la solución. Aunque se tiene precaución en este proceso, de igual forma el vacío debe liberarse por aumento repentino en el volumen de la mezcla.

Una vez regulada la presión de vacío, se continúa con la destilación, alimentando de manera periódica el matraz de evaporación hasta que la cantidad almacenada en este llega al nivel límite.

Mientras el solvente se evapora, se instala el sistema inyector de nitrógeno. Se abre la válvula de salida del cilindro y se ajustó el flujo de gas a 600 [ml/min].

Cuando se destila la mayor parte del solvente y se observa un leve goteo en el condensador, se aumenta lentamente el vacío hasta 67 [mbar]. Se debe liberar el vacío nuevamente ya que se provoca un reflujo de la muestra durante el proceso. Estabilizada la presión, es notorio un aumento en el volumen de solvente condensado (aumento de goteo

en el condensador). Luego de que la velocidad de goteo se ve disminuida, se retira la línea de admisión de solvente y en su lugar se posiciona la manguera de inyección de nitrógeno, se abre la llave de admisión y comienza el flujo de gas, regulado a 600 [ml/min]. Se mantiene esta condición por 45 [min], bajo la supervisión del personal.

Finalizado el periodo de 45 [min], se detiene el equipo rotovapor y se retira el matraz evaporador, se limpia cuidadosamente para evitar que el aceite de silicona contamine la muestra, luego se vierte el contenido en un recipiente para muestras. Para lograr recuperar la máxima cantidad de asfalto, se invierte el matraz y se sitúa sobre una plataforma, dentro del horno previamente ajustado a una temperatura de 165 [°C] durante 15 [min]. El matraz se mantiene boca abajo permitiendo que el ligante se deposite en el recipiente para muestras.

El proceso de destilación se repite una vez más, bajo las mismas condiciones, recuperándose en total 932 [gr] de ligante RAP.

Figura 4-7: Montaje del Sistema Evaporador Rotatorio utilizado

Los métodos ASTM anteriores difieren tanto en el valor de las variables utilizadas como también en la ejecución de los procedimientos, a continuación se presenta una tabla con las principales diferencias entre ellos:

Tabla 4-1: Principales diferencias en los métodos de recuperación

	Comparación de Métodos		
	Norma	**ASTM D 5404-12**	**ASTM D 7906-14**
	Solvente	Diclorometano	Tolueno
	Gas Inerte	Nitrógeno o CO2	Nitrógeno o CO2
	Punto de Ebullición [°C]	40	110,6
FASE 1	**Solución Inicial [ml]**	600	200-300
	Temperatura T1 [°C]	140	150
	Presión P1 [kPa]	94	72
	Flujo de gas F1 [ml/min]	500	-
	Velocidad de giro V1 [rpm]	40	40
FASE 2	**Temperatura T2 [°C]**	140	150
	Presión P2 [kPa]	21,3	6,7
	Flujo de gas F2 [ml/min]	600	600
	Velocidad de giro V2 [rpm]	45	40

4.3 PROCESO DE CLASIFICACIÓN DEL LIGANTE

Durante los procesos de preparación del ligante recuperado para las pruebas de clasificación por grado de desempeño, se observa que este, al manipularse, presenta una rigidez excesiva. Tras la ejecución de los ensayos de clasificación y debido al alto grado de envejecimiento de la muestra, este no logra ser clasificado y por lo tanto no se tiene la certeza si la exposición a los solventes afecta de manera sustancial la muestra.

Al no tener un resultado categórico, se somete el ligante RAP a los ensayos tradicionales de penetración, punto de ablandamiento y al método superpave para medir la viscosidad cinemática, como forma de comparar la interacción del disolvente y ligante (ver Tabla 4-2).

4.3.1 Cambio de Ligante

Los objetivos principales de esta memoria de título son comparar y evidenciar si existen diferencias en los resultados de las pruebas a las que se somete el ligante luego de ser recuperado utilizando diclorometano y tolueno. Además de constatar posibles alteraciones de la muestra por efecto de los disolventes. En vista de los nulos resultados obtenidos con la muestra de RAP, se propone cambiar el ligante del estudio, utilizando uno del que si se tengan antecedentes relacionados con sus propiedades reológicas. Se selecciona un ligante CA-24 con propiedades conocidas, estos valores representan la base para las posteriores comparaciones, contribuyendo a una confrontación de datos más consistente.

Para dar inicio a esta nueva etapa de la investigación se somete el ligante a pruebas de recuperación en blanco, siguiendo la misma normativa utilizada para recuperar el ligante RAP, ASTM D5404/M5404-12 y ASTM D7906-14. Los ensayos de recuperación se ejecutan según punto 4.2.1.1.3 y punto 4.2.1.2.2 respectivamente.

4.3.2 Ensayos al Ligante RAP

Para evaluar si existen variaciones en el ligante producto de los solventes luego de ser recuperado, se somete a ensayos tradicionales de Penetración, Punto de Ablandamiento y al método Superpave que mide la Viscosidad Cinemática a 135 [°C].

Los resultados de los ensayos realizados al ligante RAP se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 4-2: Resultado de los ensayos realizados al Ligante RAP

Origen del Ligante	Solvente de Recuperación	Punto de Ablandamiento 25[°C], 100 [gr], 5 [seg] [°C]	Penetración 0,1[mm]	Viscosidad Cinemática 135[°C] [Poise]
RAP	Diclorometano	84,4	5	57,0
RAP	Tolueno	88,6	4	61,2

Los resultados obtenidos muestran la elevada rigidez del asfalto recuperado, corroborando la tesis planteada en puntos anteriores. A continuación, se realiza un análisis de cada ensayo, conforme a los parámetros y tolerancias establecidas en las normas ASTM.

4.3.2.1 Penetración

El ensayo de penetración se utiliza como una medida de la consistencia o dureza de los cementos asfálticos, es general asfaltos blandos tendrán penetraciones mayores que los más rígidos.

Para la ejecución del ensaye se consideraron las siguientes condiciones de temperatura, carga y tiempo: 25° [C], 100 [gr] y 5 [seg], respectivamente.

El ligante RAP recuperado con diclorometano arrojó penetraciones de 5, 4 y 5 décimas de milímetro en tres determinaciones consecutivas. Si analizamos las tolerancias máximas entre mediciones según Tabla 4-3, se puede apreciar que los resultados no difieren más allá de las magnitudes que se indican para la máxima diferencia entre la mayor y la menor penetración y se encuentran dentro del rango de tolerancia aceptado de 2 puntos.

Para el ligante RAP recuperado con tolueno, los resultados del ensayo para tres determinaciones consecutivas son 5, 4 y 4 décimas de milímetro, también acordes a los rangos de aceptación de la Tabla 4-3 para penetraciones entre 0 y 49 décimas de milímetro.

Tabla 4-3: Tolerancia Máxima entre Mediciones *[11]*

Penetración	0 a 49	50 a 149	150 a 249	250 a 500
Máxima diferencia entre la mayor y la menor determinación	2	4	12	20

Aunque los valores de penetración son considerablemente bajos, la diferencia entre el promedio de ambos métodos de recuperación difiere solo en una décima de milímetro. No se aprecia una diferencia clara entre los disolventes utilizados.

Para mayor información acerca del ensayo de penetración, remitirse a la norma ASTM D5/D5M-13.

4.3.2.2 Punto de Ablandamiento

Ensayo empleado para determinar la temperatura a la cual el material bituminoso adquiere un estado de fluidez, utilizando el aparato de anillo y bola. Se utiliza el procedimiento para

materiales con un punto de ablandamiento mayor que 80 [°C], método que establece el uso de glicerina en vez de agua.

Los resultados obtenidos a través de este ensayo muestran una variación de 4,2 [°C] entre ambos métodos de recuperación, apreciándose un punto de ablandamiento mayor para el ligante RAP recuperado con tolueno (ver Tabla 4-2).

Para cada ensaye en particular, los valores obtenidos se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 4-4: Detalle de resultados en Punto de Ablandamiento

Origen del Ligante	Solvente de Recuperación	Punto de Ablandamiento Anillo-Bola 1 [°C]	Punto de Ablandamiento Anillo-Bola 2 [°C]	Diferencia [°C]
RAP	Diclorometano	84,0	84,5	0,5
RAP	Tolueno	88,0	89,0	1,0

Para que los resultados del ensayo sean aceptados se exige que la diferencia entre los valores de temperatura en cada anillo y bola no debe exceder 1 [°C], en caso contrario, la prueba debe ser repetida. En este caso, ambas diferencias se encuentran dentro del límite establecido.

Para mayor información acerca del ensayo de penetración, remitirse a la norma ASTM D36/D36M-14.

4.3.2.3 Viscosidad Cinemática a 135 [°C]

La viscosidad del asfalto a altas temperaturas se mide para determinar si un asfalto puede ser manejado y bombeado en la planta. Los valores obtenidos con este procedimiento se pueden utilizar para desarrollar diagramas temperatura-viscosidad, los que se utilizan para estimar las temperaturas de mezclado y compactación que se emplean durante el diseño de la mezcla asfáltica en caliente.

Los valores de viscosidad obtenidos para la muestra de RAP reafirman el planteamiento de la excesiva rigidez del ligante, aunque al igual que los ensayos tradicionales de penetración y punto de ablandamiento, no se observan mayores diferencias en los resultados. Se

presenta una variación porcentual de 7,37% del ligante recuperado con diclorometano frente al recuperado con tolueno.

Para mayor información acerca del ensayo de viscosidad, remitirse a la norma ASTM D4402/D4402M-15.

4.3.3 Ensayos en Ligante CA-24

El betún presenta un certificado de análisis proporcionado por el laboratorio de control de calidad de la empresa que lo produce, con fecha 20 de septiembre de 2017. De manera informativa, se presentan los datos contenidos en este:

Tabla 4-5: Certificado de Análisis YAFU 24 (PG 64-22)

	Ensayos	Resultados	Especificaciones	Método
ORIGINAL	Viscosidad Absoluta a 60°C (Poises)	3120	Mín. 2400	8.302.15
	Penetración 25°C, 100g, 5s (0,1 mm)	66	Mín. 40	8.302.3
	Punto de Ablandamiento (°C)	51	Informar	8.302.16
	Punto de Inflamación (°C)	319	Mín. 232	8.302.9
	Ductilidad a 25°C, 5 cm/min (cm)	150	Mín. 100	8.302.8
	Ensaye de la Mancha (%,Xilol)	-20	Máx. 30	8.302.7
	Solubilidad en Tricloroetileno (%)	99,9	Mín. 99	8.302.11
	Índice de Penetración	-0,3	+ 2,0 a + 1,0	8.302.18
HPDR	Pérdida por Calentamiento	-0,01	Máx. 0,8	8.302.33
	Viscosidad Absoluta a 60°C (Poises)	7869	Informar	8.302.15
	Ductilidad a 25°C, 5 cm/min (cm)	150	Mín. 100	8.302.8
	Índice de Durabilidad	2,25	Máx. 4,0	
OTROS	Temperatura de Mezclado (°C)	155 ± 5	Informar	
	Temperatura de Compactación (°C)	146 ± 10	Informar	

4.3.3.1 Ligante Original

En estado original, es decir, sin someterlo al proceso de recuperación, el ligante CA-24 es sometido a los ensayos tradicionales de Penetración, Punto de Ablandamiento y al método superpave de Viscosidad Cinemática a 135 [°C]. Los resultados de estos ensayos se

contrastarán con los obtenidos luego de las recuperaciones realizadas con diclorometano y tolueno. Las pruebas sobre el ligante original entregan los siguientes datos:

Tabla 4-6: Resultado de los Ensayos realizados al Ligante CA-24 sin recuperar

Ligante	Solvente de Recuperación	Punto de Ablandamiento 25[°C], 100 [gr], 5 [seg] [°C]	Penetración 0,1[mm]	Viscosidad Cinemática [Poise]
CA-24	Sin Recuperar	51,2	58,0	5,6

4.3.3.2 Ligante Recuperado con Diclorometano

El betún recuperado según método de ensayo ASTM D5404/5404M-12 fue sometido a las mismas pruebas que el ligante en estado original, obteniéndose los siguientes resultados:

Tabla 4-7: Resultado de los Ensayos realizados al Ligante CA-24 recuperado con Diclorometano

Ligante	Solvente de Recuperación	Punto de Ablandamiento 25[°C], 100 [gr], 5 [seg] [°C]	Penetración 0,1[mm]	Viscosidad Cinemática [Poise]
CA-24	Diclorometano	51,4	56,0	5,9

4.3.3.3 Ligante Recuperado con Tolueno

El ligante asfáltico es recuperado según método de ensayo ASTM D7906-14 y se somete a las mismas pruebas que el ligante en estado original, obteniéndose los siguientes resutados:

Tabla 4-8: Resultado de los ensayos realizados al Ligante CA-24 recuperado con Tolueno

Ligante	Solvente de Recuperación	Punto de Ablandamiento 25[°C], 100 [gr], 5 [seg] [°C]	Penetración 0,1[mm]	Viscosidad Cinemática [Poise]
CA-24	Tolueno	50,0	59,0	5,7

4.3.3.4 Comparación de Resultados

Antes de comenzar con el análisis de resultados de los ensayos realizados al ligante en estado original y posterior a su recuperación con solventes, es necesario establecer los siguientes puntos:

- Todas las pruebas se realizaron bajo los mismos parámetros, utilizando los mismos equipos y por la misma persona.
- El ensayo de Punto de Ablandamiento se realiza a una temperatura de 25 [°C], una carga de 100 [gr] y una velocidad de 5 [seg] para el ligante original, recuperado con diclorometano y con tolueno.
- El ensayo de Viscosidad Cinemática se realiza a 135 [°C] y una velocidad de giro de 20 [rpm] para el ligante original, recuperado con diclorometano y con tolueno.
- Los valores se encuentran dentro de las tolerancias establecidas en ASTM para Punto de Ablandamiento y Penetración, por lo tanto, los ensayos son válidos.

Para el punto de ablandamiento, los resultados muestran una leve diferencia entre el solvente original y las recuperaciones (fig. 4-8), el primero alcanza el estado de fluidez a una temperatura de 51,2 [°C], mientras que la recuperación hecha con diclorometano lo hace a 51,4 [°C], presentando un aumento de 0,39%. En tanto la recuperación realizada con tolueno disminuye el ablandamiento en 1,2 [°C], que corresponde a un 2,34% menos. Se aprecia que el ligante recuperado con tolueno es levemente más blando que el original.

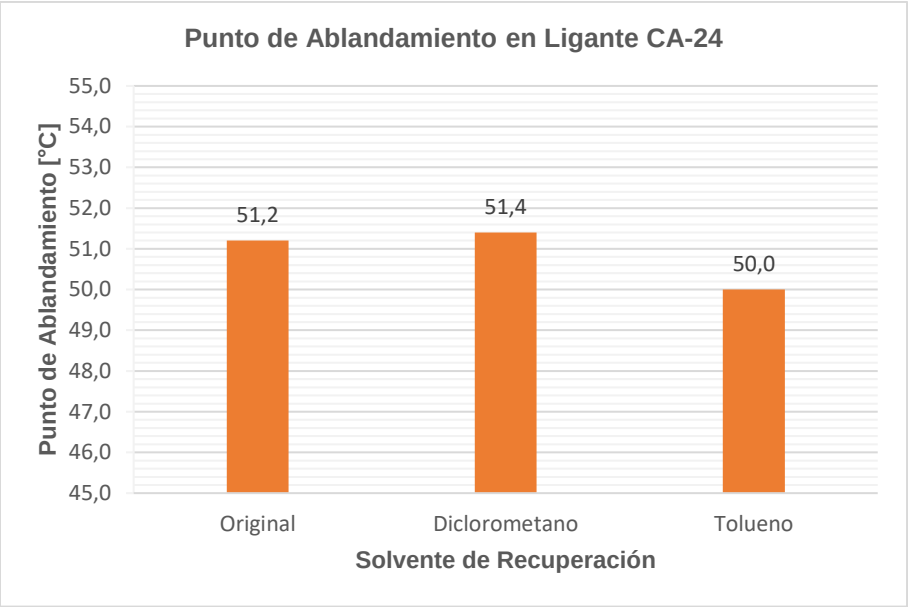

Figura 4-8: Comparación de los valores de Punto de Ablandamiento en el ligante recuperado con el ligante original

Con respecto a la penetración, los valores obtenidos difieren del ligante original en 2 y 1 décimas de milímetro para diclorometano y tolueno respectivamente. En términos porcentuales, la recuperación con diclorometano disminuyó la penetración del ligante en un 3,45% versus la recuperación con tolueno que aumentó la penetración en 1,72%. Se observa al igual que en el ensayo de punto de ablandamiento, que el ligante recuperado con tolueno es ligeramente más blando que el original.

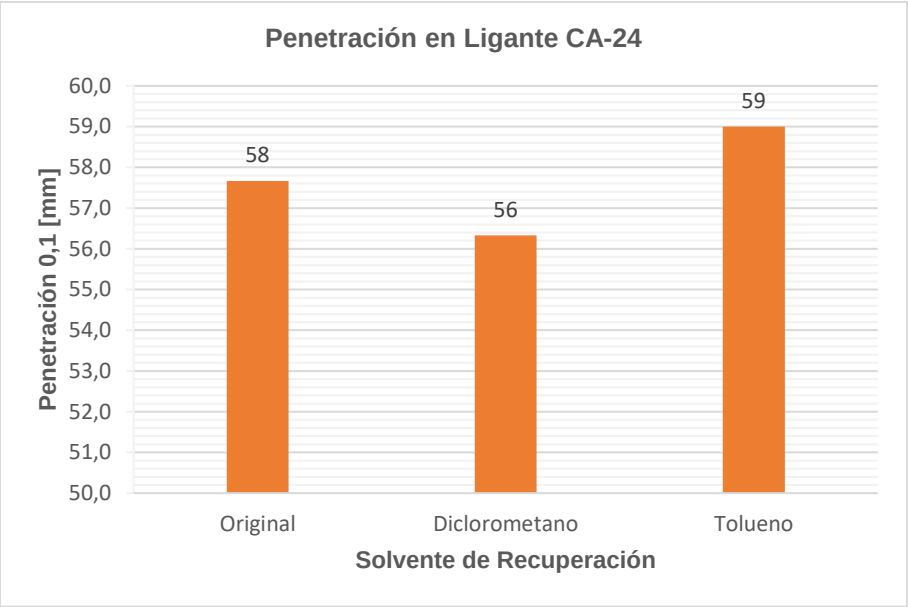

Figura 4-9: Comparación de la penetración en el ligante recuperado con el ligante original

La viscosidad, al igual que los ensayos anteriores, no tuvo variaciones significativas luego de la recuperación con solventes. Para el ligante original se obtienen 5,6 [Poise], registrándose un leve incremento de 0,1 y 0,3 [Poise] para las recuperaciones con tolueno y diclorometano respectivamente.

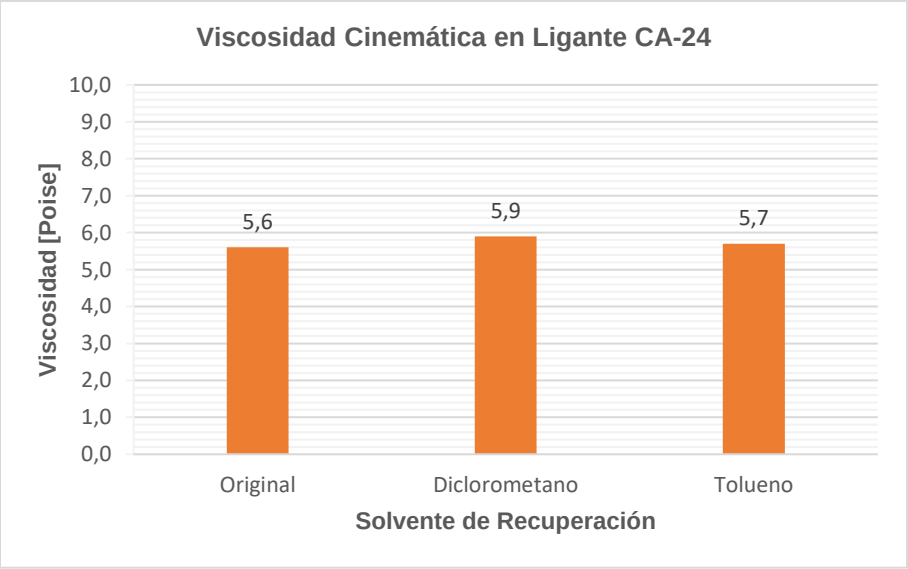

Figura 4-10: Comparación de la Viscosidad Cinemática del ligante recuperado con el ligante original

Según la norma ASTM D4402/D4402M-15, la precisión de los resultados duplicados por un mismo operador (repetibilidad), se consideran no equivalentes si la diferencia en los dos resultados, expresada como un porcentaje de su media, excede el 3,5 %. En el caso de la precisión de dos laboratorios (reproducibilidad), los valores informados por cada uno de ellos, que representan el promedio aritmético de las determinaciones duplicadas, se consideran no equivalentes si difieren en más del 14,5 %.

En esta investigación, los procesos utilizados para la recuperación se diferencian en las temperaturas, presiones y disolventes utilizados, sin embargo, los valores obtenidos se encuentran dentro de los límites establecidos por la norma y se consideran válidos. Al menos una variación se encuentra dentro del rango de precisión designado para un operador y ambas cumplen con la condición multilaboratorio. Siendo procedimientos dispares igualmente los resultados se mantienen dentro de los rangos de aceptabilidad.

Tabla 4-9: Variación porcentual de la viscosidad cinemática

Ligante	Solvente de Recuperación	Viscosidad Cinemática [Poise]	Variación Porcentual con respecto al original [%]
CA-24	Original	5,6	-
CA-24	Diclorometano	5,9	5,36
CA-24	Tolueno	5,7	1,79

4.3.4 Clasificación PG del Ligante Recuperado

El ligante recuperado utilizando diclorometano y tolueno se somete al método de clasificación superpave, para contrastar los posibles efectos del solvente sobre el ligante mediante el análisis de las temperaturas críticas obtenidas. El ligante asfáltico base estudiado posee una clasificación PG 64-22 corroborada por el laboratorio.

Los ensayos efectuados al ligante recuperado con ambos disolventes arrojan una clasificación PG 64-22, sin embargo, se hace inevitable realizar un contraste de las temperaturas de falla efectivas tanto bajas, altas y de igual forma las intermedias para tener en detalle el efecto que el proceso de recuperación con disolventes tiene sobre el ligante.

La siguiente tabla muestra el grado de influencia sobre los parámetros G*/sen (δ) y G*•sen (δ):

Tabla 4-10: Comparación de la temperatura alta e intermedia

Asfalto CA-24			
Ligante	**Parámetro**	**Estado**	**Temperatura Falla [°C]**
Base	G*/Sen(δ) [kPa]	Original	68,9
		HPDR	68,2
	G*•Sen(δ) [kPa]	PAV	20,6
Recuperado con Diclorometano	G*/Sen(δ) [kPa]	Original	69,8
		HPDR	69,9
	G*•Sen(δ) [kPa]	PAV	24,4
Recuperado con Tolueno	G*/Sen(δ) [kPa]	Original	69,6
		HPDR	71,5
	G*•Sen(δ) [kPa]	PAV	24,1

Al comparar las temperaturas de falla del ligante base con las obtenidas de las recuperaciones, se aprecia un aumento general para los dos parámetros. Para G*/sen (δ) en estado original, los incrementos son en promedio 0,8 [°C], mientras que después del envejecimiento en H.D.P.R. los valores aumentan en 1,7 [°C] y 3,3 [°C] para diclorometano y tolueno respectivamente. El parámetro de temperatura intermedia G*•sen (δ) se presenta un aumento de por lo menos 3 [°C] con respecto a la temperatura intermedia del ligante base.

Con base en los resultados obtenidos, se tiene un efecto de aumento de rigidez del ligante producto del proceso de recuperación con disolventes, si bien el grado de performance se mantiene sin variaciones luego de las recuperaciones, el incremento en las temperaturas de falla así lo evidencia.

Si analizamos cada solvente por separado, el ligante recuperado con tolueno presenta incrementos mayores en las temperaturas efectivas altas tanto en estado original como después de envejecido en H.P.D.R., en tanto la temperatura efectiva intermedia tuvo un

aumento mayor en el ligante recuperado con diclorometano, 24,4 [°C] versus los 24,1 [°C] obtenidos para la recuperación con tolueno.

Tabla 4-11: Comparación de la temperatura baja

Asfalto CA-24			
Ligante	**Estado**	**Muestra**	**Temperatura Falla [°C]**
Base	PAV	M1	-15,01
		M2	-16,16
Recuperado con Diclorometano	PAV	M1	*
		M2	-22,99
Recuperado con Tolueno	PAV	M1	*
		M2	*

***No se tienen datos para interpolar**

De los valores de temperatura de ensayo y pendiente (valor m) se realiza una interpolación lineal para obtener los valores de falla, según la tabla anterior, se encontraron valores para el ligante base y el ligante recuperado con diclorometano. No fue posible obtener las temperaturas de falla para la recuperación con tolueno.

Se observa un aumento en la temperatura de falla del ligante recuperado con diclorometano frente al ligante base, condicionado al incremento de la rigidez.

A pesar de que se obtiene igual grado PG para ambas recuperaciones, si se producen alteraciones que rigidizan el ligante durante el proceso, incluso después del envejecimiento en H.P.D.R.

5 CONCLUSIONES Y COMENTARIOS

Se realizaron las recuperaciones de ligante asfáltico en forma completa y siguiendo lo establecido por las normas ASTM D5404/M5404-12 y ASTM D7906-14, las cuales utilizan el diclorometano y tolueno como disolventes respectivamente.

Tras finalizar el proceso de investigación y experimentación se puede concluir que los objetivos planteados al inicio de este trabajo no se han alcanzado de manera satisfactoria en su totalidad, los comentarios y conclusiones se detallan a continuación:

- Se logra hacer operar el equipo Evaporador Rotatorio equipándolo con un sistema de inyección de gas inerte, ya que no es requisito según M.C.
- Se logra recuperar el ligante extraido de una muestra de RAP con ambos procedimientos, ASTM D5404/D5404M-12 (Diclorometano) y ASTM D7906-14 (Tolueno).
- No se logra una clasificación PG con el ligante RAP debido al excesivo envejecimiento de la muestra.
- Se establece que para efectuar un diseño que incluya RAP en porcentajes mayores a un 25%, no es conveniente el uso de mezclas asfálticas recicladas que posean una vida útil extensa y de la cual no se tengan antecedentes. El alto nivel de envejecimiento dificulta la obtención de sus propiedades.
- Para verificar ambos métodos, se hace la recuperación de un asfalto base de grado conocido, PG 64-22. Se logra ejecutar recuperaciones en blanco de este ligante utilizando ambos procedimientos.
- Se obtienen grados PG 64-22 para ambos métodos de recuperación.
- Para temperaturas efectivas altas e intermedias, en ambos procedimientos se produjo un incremento de las temperaturas de falla.
- Se verifica que a pesar de que en ambos procedimientos se obtuvo un grado PG igual al del ligante base, si se producen alteraciones en la muestra luego del proceso de recuperación que se verifican en los ensayos en estado original y tras el envejecimiento en H.P.D.R..

6 REFERENCIAS

PUBLICACIONES, DOCUMENTOS Y PAPERS

1. Wahr Carlos., Apuntes del Curso Vialidad II, Departamento de Obras Civiles, Universidad Técnica Federico Santa María, 2017.
2. Martin Hugener, Michel Pittet, Publicación, "Extraction and recovery of polymer modified bitumen", 6th Eurasphalt & Eurobitume Congress, Prague, Czech Republic, 2016.
3. Nösler, T. Tanghe, Publicación, "*Evaluation of binder recovery methods and the influence on the properties of polymer modified bitumen",* ISAP Int. Symposium on Asphalt Pavements and Environment, Zürich, 2008, p. 1-2.

NORMAS Y ESPECIFICACIONES

4. Ministerio de Obras Públicas, Dirección de Vialidad, "Manual de Carreteras", Volumen 8, Edición 2017.
5. Asphalt Institute, MS-2 Asphalt Mix Desing Methods, 7ta Ed, USA, 2014.
6. ASTM, Standard Test Methods for Quantitative Extraction of Bitumen from Bituminous Paving Mixtures, ASTM designation D2172/D2172M (2011).
7. ASTM, Standard Test Method for Recovery of Asphalt from Solution by Abson Method, ASTM designation D1856 (2009).
8. ASTM, Standard Practice for Recovery of Asphalt from Solution using the Rotary Evaporator, ASTM designation D5404/D5404M (2012).
9. ASTM, Standard Practice for Recovery of Asphalt from Solution using Toluene and the Rotary Evaporator, ASTM designation D7906 (2014).
10. ASTM, Standard Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring-and-Ball Apparatus), ASTM designation D36/D36 M (2014).

11. ASTM, Standard Test Method for Penetration of Bituminous Materials, ASTM Designation D5/D5M (2013).

12. UNE-EN, Mezclas bituminosas, Métodos de ensayo para mezcla bituminosa en caliente, Parte 3: Recuperación de Betún: Evaporador Rotatorio, Designación UNE-EN 12697-3 (2013).

13. UNE-EN, Mezclas bituminosas, Métodos de ensayo para mezcla bituminosa en caliente, Parte 4: Recuperación de Betún: Columna de fraccionamiento, Designación UNE-EN 12697-4 (2015).

14. ASTM, Standard Test Method for Viscosity Determination of Asphalt at Elevated Temperatures Using a Rotational Viscometer, ASTM Designation D4402/ D4402M (2015).

PÁGINAS

15. https://www.buchi.com BÜCHI Labortechnik AG, 2018.

16. https://www.adetec.co.cr, Metrología Adetec, 2015

A. ANEXOS

“Resultados Viscosidad Cinemática a 135 [°C]”

ENSAYO VISCOSIDAD CINEMÁTICA A 135 [°C]

Tabla A- 1: Viscosidad del Ligante RAP recuperado con Diclorometano

Visc.	Veloc. [rpm]	% Par	Esf. Cort.	G.Veloc.	T [°C]	Bath	Intervalo	Husillo	Mod	Identificación de Brookfield	Fecha y Tiempo
5.700	020,0	045,6	387,6	006,8	134,9	575	00:33:00,4	SC4-27	RV	Rheocalc Data1	08-01-2018 13:49:10
5.700	020,0	045,6	387,6	006,8	134,9	575	00:03:00,2	SC4-27	RV	Rheocalc Data1	08-01-2018 13:52:10
5.700	020,0	045,6	387,6	006,8	134,9	575	00:03:00,2	SC4-27	RV	Rheocalc Data1	08-01-2018 13:55:11

Visc. [poise]	Veloc. [rpm]	% Par	Esf. Cort.	G.Veloc.	T [°C]
57,0	020,0	045,6	387,6	006,8	134,9

Tabla A-2: Viscosidad del Ligante RAP recuperado con Tolueno

Visc.	Veloc. [rpm]	% Par	Esf. Cort.	G.Veloc.	T [°C]	Bath	Intervalo	Husillo	Mod	Identificación de Brookfield	Fecha y Tiempo
6.119	020,0	049,8	416,1	006,80	134,9	575	01:03:00,3	SC4-27	RV	Rheocalc Data1	05-04-2018 11:58:35
6.129	020,0	049,8	416,8	006,80	134,9	575	00:03:00,2	SC4-27	RV	Rheocalc Data1	05-04-2018 12:01:35
6.116	020,0	049,8	415,9	006,80	134,9	575	00:03:00,2	SC4-27	RV	Rheocalc Data1	05-04-2018 12:04:35

Visc. [poise]	Veloc. [rpm]	% Par	Esf. Cort.	G.Veloc.	T [°C]
61,2	020,0	049,8	416,3	006,80	134,9

Tabla A-3: Viscosidad del Ligante CA-24 sin recuperar

Visc.	Veloc. [rpm]	% Par	Esf. Cort.	G.Veloc.	T [°C]	Bath	Intervalo	Husillo	Mod	Identificación de Brookfield	Fecha y Tiempo
563	020,0	022,5	104,6	018,6	135,0	575	01:03:00,3	SC4-21	RV	Rheocalc Data1	26-12-2017 10:51:12
565	020,0	022,6	105,1	018,6	135,0	575	00:03:00,2	SC4-21	RV	Rheocalc Data1	26-12-2017 10:54:12
563	020,0	022,5	104,6	018,6	135,0	575	00:03:00,2	SC4-21	RV	Rheocalc Data1	26-12-2017 10:57:13

Visc. [poise]	Veloc. [rpm]	% Par	Esf. Cort.	G.Veloc.	T [°C]
5,63	020,0	022,5	104,8	018,6	135,0

Tabla A-4: Viscosidad del Ligante CA-24 recuperado con Diclorometano

Visc.	Veloc. [rpm]	% Par	Esf. Cort.	G.Veloc.	T [°C]	Bath	Intervalo	Husillo	Mod	Identificación de Brookfield	Fecha y Tiempo
593	020,0	023,7	110,21	018,60	135	575	01:03:00,3	SC4-21	RV	Rheocalc Data1	28-03-2018 12:30:29
593	020,0	023,7	110,21	018,60	135	575	00:03:00,2	SC4-21	RV	Rheocalc Data1	28-03-2018 12:33:29
593	020,0	023,7	110,21	018,60	135	575	00:03:00,2	SC4-21	RV	Rheocalc Data1	28-03-2018 12:36:29

Visc. [poise]	Veloc. [rpm]	% Par	Esf. Cort.	G.Veloc.	T [°C]
5,93	020,0	023,7	110,21	018,60	134,9

Tabla A-5: Viscosidad del Ligante CA-24 recuperado con Tolueno

Visc.	Veloc. [rpm]	% Par	Esf. Cort.	G.Veloc.	T [°C]	Bath	Intervalo	Husillo	Mod	Identificación de Brookfield	Fecha y Tiempo
573	020,0	022,9	106,49	018,60	134,9	575	00:33:00,4	SC4-21	RV	Rheocalc Data1	05-04-2018 15:23:40
570	020,0	022,8	106,02	018,60	135,0	575	00:03:00,2	SC4-21	RV	Rheocalc Data1	05-04-2018 15:26:40
573	020,0	022,9	106,49	018,60	135,0	575	00:03:00,2	SC4-21	RV	Rheocalc Data1	05-04-2018 15:29:40

Visc. [poise]	Veloc. [rpm]	% Par	Esf. Cort.	G.Veloc.	T [°C]
5,72	020,0	022,9	106,33	018,60	135,0

B. ANEXOS

“Resultados Clasificación por desempeño PG del Ligante CA-24”

LIGANTE CA-24 RECUPERADO CON DICLOROMETANO

Tabla B- 1: Medición de propiedades reológicas superpave mediante reómetro de corte dinámico, según norma ASTM D 7175-15

Identificación del equipo:						
Marca Equipo y Modelo	**Anton Paar, MCR-301**					
Código de Identificación	80863267					
Versión de Software	RHEOPLUS/32 V3.40					
Condiciones del ensayo:						
Ejecutado por	Sra. Alejandra Zamora Maric					
Estado Asfalto	Original					
Temperatura Ensaye Inicial [°C]	64,0					
Diámetro de plato de ensaye [mm]	25,0					
Norma Envejecimiento	-					
Ensayo de película delgada rotatoria (HPDR), según ASTM D2872-12e1						
Condiciones del ensayo:						
Ejecutado por	Sra. Alejandra Zamora Maric					
Estado Asfalto	Envejecido HPDR					
Temperatura Ensaye Inicial [°C]	64,0					
Diámetro de plato de ensaye [mm]	25,0					
Envejecimiento acelerado de ligantes asfálticos en cámara a presión (PAV), según ASTM D6521-13						
Condiciones del ensayo:						
Ejecutado por	Sra. Alejandra Zamora Maric					
Estado Asfalto	Envejecido PAV					
Temperatura Ensaye Inicial [°C]	28,0					
Diámetro de plato de ensaye [mm]	8,0					
Clasificación PG Estado Original						
Ejecutado por	Sra. Alejandra Zamora Maric					
Fecha de Ensayo	03-04-2018					
Hora de ensayo [hrs]	12:02					
Muestra	**M1**					
Temperatura [°C]	**64**	**70**	**-**	**-**	**-**	**-**
Módulo Complejo (G*) [KPa]	1,99	0,97	-	-	-	-
Ángulo de Fase (δ) [°]	85,7	87,0	-	-	-	-
Amplitud de deformación [%]	12,0	12,0	-	-	-	-

Muestra				**M2**				
Temperatura [°C]				**64**	**70**	-	-	-	-
Módulo Complejo (G*) [KPa]				2,02	0,98	-	-	-	-
Ángulo de Fase (δ) [°]				85,6	86,9	-	-	-	-
Amplitud de deformación [%]				1,0	12,0	-	-	-	-
Tipo Betún	**Parámetro G*/sen(δ) [KPa]**								
	Temperatura de Ensayo [°C]							**Falla a 1,0 [KPa]**	
	Muestra	**64**	**70**	-	-	-	-	Temp. [°C]	T°Prom.
CA-24	M1	2,00	0,97	-	-	-	-	69,8	69,8
	M2	2,03	0,98	-	-	-	-	69,8	
Condición		**CUMPLE**	**FALLA**	-	-	-	-		
Clasificación PG Envejecido HPDR									
Ejecutado por				Sra. Alejandra Zamora Maric					
Fecha de Ensayo				02-04-2018					
Hora de ensayo [hrs]				13:48					
Muestra				**M1**					
Temperatura [°C]				**64**	**70**	-	-	-	-
Módulo Complejo (G*) [KPa]				4,49	2,15	-	-	-	-
Ángulo de Fase (δ) [°]				81,8	83,9	-	-	-	-
Amplitud de deformación [%]				10,0	10,0	-	-	-	-
Muestra				**M2**					
Temperatura [°C]				**64**	**70**	**-**	**-**	**-**	**-**
Módulo Complejo (G*) [KPa]				4,47	2,16	-	-	-	-
Ángulo de Fase (δ) [°]				81,8	83,9	-	-	-	-
Amplitud de deformación [%]				10,0	10,0	-	-	-	-
Parámetro G*/sen(δ) [KPa]									
Tipo Betún	**Temperatura de Ensayo [°C]**							**Falla a 2,2 [KPa]**	
	Muestra	**64**	**70**	**-**	**-**	**-**		Temp. [°C]	T°Prom.
CA-24	M1	4,54	2,16	-	-	-		69,9	69,9
	M2	4,52	2,17	-	-	-		69,9	
Condición		**CUMPLE**	**FALLA**	-	-	-			
Clasificación PG Envejecido PAV									
Ejecutado por				Sra. Alejandra Zamora Maric					
Fecha de Ensayo				23-04-2018					
Hora de ensayo [hrs]				14:07					
Muestra				**M1**					
Temperatura [°C]				**28**	**25**	**22**	**-**	**-**	**-**	**-**

Módulo Complejo (G*)[KPa]		4180	6540	10100	-	-	-	-
Ángulo de Fase (δ)[°]		50,6	23,9	45,0	-	-	-	-
Amplitud de deformación [%]		1,0	1,0	1,0	-	-	-	-
Muestra		**M2**						
Temperatura [°C]		**28**	**25**	**22**	**-**	**-**	**-**	**-**
Módulo Complejo (G*)[KPa]		3760	5930	9130	**-**	**-**	**-**	**-**
Ángulo de Fase (δ)[°]		50,3	47,4	44,6		-	-	-
Amplitud de deformación [%]		1,0	1,0	1,0	-	-	-	-
Tipo Betún	**Parámetro G* sen(δ) [KPa]**							
	Temperatura de Ensayo [°C]						**Falla a 5000 [KPa]**	
	Muestra	**28**	**25**	**22**	**-**	**-**	**-**	**-**	T° Falla
CA-24	M1	3230	4850	7130	**-**	**-**	**-**		24,8
	M2	2890	4370	6410	**-**	**-**	**-**	**-**	23,9
Condición		**CUMPLE**	**CUMPLE**	**FALLA**	-	-	-	-	
						Temperatura promedio [°C]		**24,4**

Tabla B- 2: Método Superpave para Medición de Rigidez en Fluencia por Flexión a Bajas temperaturas mediante Reómetro de Viga de Flexión, según Norma ASTM D6648 -08(2016)

Identificación del equipo:						
Marca Equipo y Modelo	ATS BBR					
Código de Identificación	12-8463-6-12					
Versión de Software	ATS BBR 4.18 W					
Condiciones del ensayo:						
Estado Asfalto	Envejecido PAV					
Temperatura Ensaye Inicial [°C]	-12,0					
Ancho de la Probeta [mm]	12,7					
Espesor de la probeta [mm]	6,35					
Información calibración del equipo:						
Última Calibración de Temperatura	06/06/2012					
Última Calibración de Celda de Carga	Fabricante, 01/12/2011					
Constantes de Celda de Carga mV/V	12,244					
Última Calibración de Celda de Carga	Fabricante, 01/12/2011					
Última verificación del Módulo	18-04-2018					
Rigidez Medida Viga de Acero [MPa]	181311,8					
Última Verificación Conformidad	18-04-2018					
Observación	Las verificaciones se realizan cada vez que se inicia el Software.					
Condiciones del Ensayo						
Muestra	**M1**					
Máxima T° [°C]	-11,9	-17,8	-23,9			
Mínima T° [°C]	-12,1	-18,1	-24,0			
Máx. Carga [mN]	981,8	983,4	983,4			
Mín. Carga [mN]	684,1	686,9	691,5			
Carga t=0[mN]	37,4	35	35,8			
Carga 0,5 s [mN]	684,1	686,9	691,5			
Muestra	**M2**					
Máxima T° [°C]	-11,9	-17,9	Falla de la probeta			
Mínima T° [°C]	-12,1	-18,0				
Máx. Carga [mN]	982,1	985				
Mín. Carga [mN]	683,9	687,7				
Carga t=0[mN]	35,6	36,8				
Carga 0,5 s [mN]	683,9	687,7				
Temperatura [°C]	-12,0					
Muestra	**M1**					
Tiempo [s]	8,0	15,0	30,0	60,0	120,0	240,0

Carga [mN]	980,4	980,2	979,8	979,3	978,1	976,6
Deflexión [mm]	0,5066	0,6566	0,8830	1,2076	1,6727	2,3151
Módulo de Rigidez Medido [MPa]	157,8927	121,7927	90,5261	66,1611	47,7055	34,4156
Módulo de Rigidez Estimado [MPa]	158,0830	121,7360	90,2638	66,15820	47,9325	34,3283
Diferencia [%]	0,1205	-0,0466	-0,2899	-0,0044	0,4759	-0,2537
Valor m Estimado	0,408	0,423	0,440	0,4566	0,473	0,490
Coeficiente de Regresión R2	0,99999					
Carga Promedio de 0,5 a 240 s [MPa]	977,4					
Máxima Desviación de carga 0,5 a 5s [mN]	293,3					
Máxima Desviación de carga 5 a 240s [mN]	3,3					
Deflexión en Tiempo 0 s [mm]	0,0514					
Deflexión en Tiempo 0,5 s [mm]	0,0993					
Temperatura [°C]	-12,0					
Muestra	**M2**					
Tiempo [s]	8,0	15,0	30,0	60,0	120,0	240,0
Carga [mN]	981,2	981,0	980,7	980,6	978,8	976,6
Deflexión [mm]	0,5698	0,7251	0,9635	1,3112	1,8152	2,5177
Módulo de Rigidez Medido [MPa]	140,4779	110,3717	83,0427	61,0136	43,9939	31,6456
Módulo de Rigidez Estimado [MPa]	140,7703	110,1988	82,7376	61,0455	44,2617	31,5376
Diferencia [%]	0,2081	-0,1567	-0,3675	0,0522	0,6088	-0,3415
Valor m Estimado	0,378	0,401	0,426	0,4512	0,476	0,502
Coeficiente de Regresión R2	0,99998					
Carga Promedio de 0,5 a 240 s [MPa]	978,0					
Máxima Desviación de carga 0,5 a 5s [mN]	294,0					
Máxima Desviación de carga 5 a 240s [mN]	3,8					
Deflexión en Tiempo 0 s [mm]	0,0216					
Deflexión en Tiempo 0,5 s [mm]	0,1411					
Temperatura [°C]	-18,0					
Muestra	**M1**					
Tiempo [s]	8,0	15,0	30,0	60,0	120,0	240,0
Carga [mN]	982,0	981,0	981,3	980,8	980,2	978,9
Deflexión [mm]	0,2474	0,3000	0,3770	0,4920	0,6633	0,9065
Módulo de Rigidez Medido [MPa]	323,7875	266,7877	212,3623	162,6382	120,5748	88,1030
Módulo de Rigidez Estimado [MPa]	323,5389	267,7359	211,4894	162,3828	121,1883	87,9125
Diferencia [%]	-0,0768	0,3554	-0,4110	-0,1570	0,5088	-0,2163
Valor m Estimado	0,283	0,320	0,361	0,4017	0,443	0,484
Coeficiente de Regresión R2	0,99997					
Carga Promedio de 0,5 a 240 s [MPa]	979,5					
Máxima Desviación de carga 0,5 a 5s [mN]	292,6					
Máxima Desviación de carga 5 a 240s [mN]	3,9					
Deflexión en Tiempo 0 s [mm]	0,0153					
Deflexión en Tiempo 0,5 s [mm]	0,0764					

Temperatura [°C]	-18,0					
Muestra	**M2**					
Tiempo [s]	8,0	15,0	30,0	60,0	120,0	240,0
Carga [mN]	983,2	983,3	983,9	982,7	982,0	980,9
Deflexión [mm]	0,1620	0,2171	0,2942	0,3954	0,5331	0,7188
Módulo de Rigidez Medido [MPa]	495,1675	369,5572	272,8244	202,7480	150,2913	111,3317
Módulo de Rigidez Estimado [MPa]	493,1563	371,7979	273,4272	201,9633	149,8301	111,6404
Diferencia [%]	-0,4062	0,6063	0,2209	-0,3871	-0,3069	0,2773
Valor m Estimado	0,452	0,447	0,440	0,4339	0,428	0,421
Coeficiente de Regresión R2	0,99997					
Carga Promedio de 0,5 a 240 s [MPa]	981,2					
Máxima Desviación de carga 0,5 a 5s [mN]	293,5					
Máxima Desviación de carga 5 a 240s [mN]	3,8					
Deflexión en Tiempo 0 s [mm]	0,0000					
Deflexión en Tiempo 0,5 s [mm]	0,0000					
Temperatura [°C]	-24,0					
Muestra	**M2**					
Tiempo [s]	8,0	15,0	30,0	60,0	120,0	240,0
Carga [mN]	983,0	982,9	982,7	981,7	981,5	981,1
Deflexión [mm]	0,1607	0,1869	0,2221	0,2670	0,3265	0,4044
Módulo de Rigidez Medido [MPa]	499,1698	429,1063	360,9387	299,9280	245,2587	197,9540
Módulo de Rigidez Estimado [MPa]	498,4330	430,1065	361,1608	299,4312	245,1126	198,1099
Diferencia [%]	-0,1476	0,2331	0,0615	-0,1656	-0,0596	0,0787
Valor m Estimado	0,226	0,243	0,261	0,2796	0,298	0,316
Coeficiente de Regresión R2	0,99999					
Carga Promedio de 0,5 a 240 s [MPa]	981,2					
Máxima Desviación de carga 0,5 a 5s [mN]	289,7					
Máxima Desviación de carga 5 a 240s [mN]	2,0					
Deflexión en Tiempo 0 s [mm]	0,0164					
Deflexión en Tiempo 0,5 s [mm]	0,0543					

Tipo	**Fecha de Investigación**	**N° Análisis**	**T °C**	**S[MPa]**	**Valor m**	**Criterio Stiffness**	**Criterio Valor m**
CA-24	18-04-2018	1	-12,0	66,1611	0,4566	CUMPLE	CUMPLE
		2	-12,0	61,0136	0,4512	CUMPLE	CUMPLE
		3	-18,0	162,6382	0,4017	CUMPLE	CUMPLE
		4	-18,0	202,7480	0,4339	CUMPLE	CUMPLE
		4	**-24,0**	**299,9280**	**0,2796**	**CUMPLE**	**FALLA**

Tabla B-3: Clasificación PG final del ligante recuperado con Diclorometano

Temperatura intermedia	
La Temperatura intermedia de un 64-22 es 25°C, por lo cual se cumple, ya que G* sen δ ≤ 5000 [KPa] en 24,4 [°C].	
Clasificación por Desempeño PG	
Clasificación	**64-22**

LIGANTE CA-24 RECUPERADO CON TOLUENO

Tabla B-4: Medición de propiedades reológicas superpave mediante reómetro de corte dinámico, según norma ASTM D 7175-15

Identificación del equipo:						
Marca Equipo y Modelo	**Anton Paar, MCR-301**					
Código de Identificación	80863267					
Versión de Software	RHEOPLUS/32 V3.40					
Condiciones del ensayo:						
Ejecutado por	Sra. Alejandra Zamora Maric					
Estado Asfalto	Original					
Temperatura Ensaye Inicial [°C]	64,0					
Diámetro de plato de ensaye [mm]	25,0					
Norma Envejecimiento	-					
Condiciones del ensayo:						
Ejecutado por	Sra. Alejandra Zamora Maric					
Estado Asfalto	Envejecido HPDR					
Temperatura Ensaye Inicial [°C]	64,0					
Diámetro de plato de ensaye [mm]	25,0					
Condiciones del ensayo:						
Ejecutado por	Sra. Alejandra Zamora Maric					
Estado Asfalto	Envejecido PAV					
Temperatura Ensaye Inicial [°C]	28,0					
Diámetro de plato de ensaye [mm]	8,0					
Clasificación PG Estado Original						
Ejecutado por	Sra. Alejandra Zamora Maric					
Fecha de Ensayo	11-04-2018					
Hora de ensayo [hrs]	8:56					
Muestra	**M1**					
Temperatura [°C]	**64**	**70**	**-**	**-**	**-**	**-**
Módulo Complejo (G*) [KPa]	1,95	0,94	-	-	-	-
Ángulo de Fase (δ) [°]	85,0	86,5	-	-	-	-
Amplitud de deformación [%]	12,0	12,0	-	-	-	-

Muestra				**M2**				
Temperatura [°C]				**64**	**70**	-	-	-	-
Módulo Complejo (G*) [KPa]				1,93	0,95	-	-	-	-
Ángulo de Fase (δ) [°]				85,1	86,5	-	-	-	-
Amplitud de deformación [%]				12,0	12,0	-	-	-	-
Tipo Betún	**Parámetro G*/sen(δ) [KPa]**								
	Temperatura de Ensayo [°C]							**Falla a 1,0 [KPa]**	
	Muestra	**64**	**70**	-	-	-	-	Temp. [°C]	T°Prom.
CA-24	M1	1,95	0,95	-	-	-	-	69,5	69,6
	M2	1,93	0,95	-	-	-	-	69,6	
Condición		**CUMPLE**	**FALLA**	-	-	-	-		
Clasificación PG Envejecido HPDR									
Ejecutado por				Sra. Alejandra Zamora Maric					
Fecha de Ensayo				09-04-2018					
Hora de ensayo [hrs]				14:01					
Muestra				**M1**					
Temperatura [°C]				**64**	**70**	**76**	-	-	-
Módulo Complejo (G*) [KPa]				5,40	2,58	1,280	-	-	-
Ángulo de Fase (δ) [°]				80,5	82,8	84,8	-	-	-
Amplitud de deformación [%]				10,0	10,0	10,0	-	-	-
Muestra				**M2**					
Temperatura [°C]				**64**	**70**	**76**	**-**	**-**	**-**
Módulo Complejo (G*) [KPa]				5,63	2,67	1,280	-	-	-
Ángulo de Fase (δ) [°]				80,8	83,0	84,9	-	-	-
Amplitud de deformación [%]				10,0	10,0	10,0	-	-	-
Tipo Betún	**Temperatura de Ensayo [°C]**							**Falla a 2,2 [KPa]**	
	Muestra		**64**	**70**	**76**	**-**	**-**	Temp. [°C]	T°Prom.
CA-24	M1		5,47	2,60	1,29	-	-	71,4	71,5
	M2		5,70	2,69	1,29	-	-	71,6	
Condición			**CUMPLE**	**CUMPLE**	**FALLA**	-	-		
Clasificación PG Envejecido PAV									
Ejecutado por				Sra. Alejandra Zamora Maric					
Fecha de Ensayo				24-04-2018					
Hora de ensayo [hrs]				14:09					

Muestra	M1						
Temperatura [°C]	**28**	**25**	**22**	**-**	**-**	**-**	**-**
Módulo Complejo (G*)[KPa]	3760	5890	9040	-	-	-	-
Ángulo de Fase (δ)[°]	49,7	46,8	44,0	-	-	-	-
Amplitud de deformación [%]	1,0	1,0	1,0	-	-	-	-

Muestra	M2						
Temperatura [°C]	**28**	**25**	**22**	**-**	**-**	**-**	**-**
Módulo Complejo (G*)[KPa]	4070	6370	9750	**-**	**-**	**-**	**-**
Ángulo de Fase (δ)[°]	49,8	47,0	44,2		-	-	-
Amplitud de deformación [%]	1,0	1,0	1,0	-	-	-	-

Tipo Betún	**Parámetro G* sen(δ) [KPa]**								
	Temperatura de Ensayo [°C]							**Falla a 5000 [KPa]**	
	Muestra	**28**	**25**	**22**	**-**	**-**	**-**	**-**	T° Falla
CA-24	M1	2870	4300	6280	**-**	**-**	**-**		23,8
	M2	3110	4660	6790	**-**	**-**	**-**	**-**	24,4
Condición		**CUMPLE**	**CUMPLE**	**FALLA**	-	-	-	-	
						Temperatura promedio [°C]			**24,1**

Tabla B- 5: Método Superpave para Medición de Rigidez en Fluencia por Flexión a Bajas temperaturas mediante Reómetro de Viga de Flexión, según Norma ASTM D6648 -08(2016)

Identificación del equipo:				
Marca Equipo y Modelo	ATS BBR			
Código de Identificación	12-8463-6-12			
Versión de Software	ATS BBR 4.18 W			
Condiciones del ensayo:				
Estado Asfalto	Envejecido PAV			
Temperatura Ensaye Inicial [°C]	-12,0			
Ancho de la Probeta [mm]	12,7			
Espesor de la probeta [mm]	6,35			
Información calibración del equipo:				
Última Calibración de Temperatura	06/06/2012			
Última Calibración de Celda de Carga	Fabricante, 01/12/2011			
Constantes de Celda de Carga mV/V	12,244			
Última Calibración de Celda de Carga	Fabricante, 01/12/2011			
Última verificación del Módulo	19-04-2018			
Rigidez Medida Viga de Acero [MPa]	178793,5			
Última Verificación Conformidad	19-04-2018			
Observación	Las verificaciones se realizan cada vez que se inicia el Software.			
Condiciones del Ensayo				
Muestra	**M1**			
Máxima T° [°C]	-11,9	-17,9		
Mínima T° [°C]	-12,0	-18,2		
Máx. Carga [mN]	983	983,9		
Mín. Carga [mN]	682,9	683,6		
Carga t=0[mN]	37,5	35,1		
Carga 0,5 s [mN]	682,9	683,6		
Muestra	**M2**			
Máxima T° [°C]	-11,9	-17,9		
Mínima T° [°C]	-12	-18,1		
Máx. Carga [mN]	982,7	982,6		
Mín. Carga [mN]	681,4	684,8		
Carga t=0[mN]	32,3	35,9		
Carga 0,5 s [mN]	681,4	684,8		

Temperatura [°C]	-12,0					
Muestra	**M1**					
Tiempo [s]	8,0	15,0	30,0	60,0	120,0	240,0
Carga [mN]	981,5	981,4	980,8	980,3	979,4	978,1
Deflexión [mm]	0,4560	0,5706	0,7345	0,9550	1,2567	1,6744
Módulo de Rigidez Medido [MPa]	175,6254	140,3282	108,9490	83,7428	63,5817	47,6562
Módulo de Rigidez Estimado [MPa]	175,4068	140,5824	109,0259	83,65560	63,5078	47,7008
Diferencia [%]	-0,1244	0,1812	0,0705	-0,1041	-0,1162	0,0935
Valor m Estimado	0,345	0,359	0,374	0,3898	0,405	0,421
Coeficiente de Regresión R2	1,00000					
Carga Promedio de 0,5 a 240 s [MPa]	978,7					
Máxima Desviación de carga 0,5 a 5s [mN]	295,8					
Máxima Desviación de carga 5 a 240s [mN]	3,4					
Deflexión en Tiempo 0 s [mm]	0,0495					
Deflexión en Tiempo 0,5 s [mm]	0,0977					
Temperatura [°C]	-12,0					
Muestra	**M2**					
Tiempo [s]	8,0	15,0	30,0	60,0	120,0	240,0
Carga [mN]	981,8	981,9	981,0	980,4	979,7	978,8
Deflexión [mm]	0,4975	0,6251	0,8150	1,0800	1,4481	1,9486
Módulo de Rigidez Medido [MPa]	161,0011	128,1474	98,2072	74,0651	55,1994	40,9829
Módulo de Rigidez Estimado [MPa]	161,2594	127,9473	97,9843	74,1262	55,3958	40,8951
Diferencia [%]	0,1604	-0,1561	-0,2270	0,0825	0,3558	-0,2142
Valor m Estimado	0,360	0,376	0,394	0,4114	0,429	0,447
Coeficiente de Regresión R2	0,99999					
Carga Promedio de 0,5 a 240 s [MPa]	979,2					
Máxima Desviación de carga 0,5 a 5s [mN]	297,8					
Máxima Desviación de carga 5 a 240s [mN]	3,2					
Deflexión en Tiempo 0 s [mm]	0,0017					
Deflexión en Tiempo 0,5 s [mm]	0,1399					
Temperatura [°C]	-18,0					
Muestra	**M1**					
Tiempo [s]	8,0	15,0	30,0	60,0	120,0	240,0
Carga [mN]	981,8	981,8	981,3	980,5	982,7	980,0
Deflexión [mm]	0,2062	0,2481	0,3062	0,3863	0,5012	0,6632
Módulo de Rigidez Medido [MPa]	388,4172	322,9171	261,4651	207,0710	159,9698	120,5494
Módulo de Rigidez Estimado [MPa]	387,2363	324,4957	261,6705	206,5691	159,6395	120,7758
Diferencia [%]	-0,3040	0,4888	0,0786	-0,2424	-0,2065	0,1878
Valor m Estimado	0,267	0,295	0,326	0,3565	0,387	0,418
Coeficiente de Regresión R2	0,99998					
Carga Promedio de 0,5 a 240 s [MPa]	980,1					

Máxima Desviación de carga 0,5 a 5s [mN]	296,5					
Máxima Desviación de carga 5 a 240s [mN]	3,3					
Deflexión en Tiempo 0 s [mm]	0,0242					
Deflexión en Tiempo 0,5 s [mm]	0,0570					
Temperatura [°C]	-18,0					
Muestra	**M2**					
Tiempo [s]	8,0	15,0	30,0	60,0	120,0	240,0
Carga [mN]	981,2	981,0	980,9	980,9	980,2	980,1
Deflexión [mm]	0,1992	0,2405	0,3011	0,3847	0,5037	0,6767
Módulo de Rigidez Medido [MPa]	401,7720	332,7801	265,8030	208,0119	158,7508	118,1659
Módulo de Rigidez Estimado [MPa]	401,1963	333,4192	266,1292	207,7117	158,5242	118,3033
Diferencia [%]	-0,1433	0,1920	0,1227	-0,1443	-0,1427	0,1162
Valor m Estimado	0,280	0,309	0,341	0,3737	0,406	0,438
Coeficiente de Regresión R2	0,99999					
Carga Promedio de 0,5 a 240 s [MPa]	979,5					
Máxima Desviación de carga 0,5 a 5s [mN]	294,7					
Máxima Desviación de carga 5 a 240s [mN]	2,4					
Deflexión en Tiempo 0 s [mm]	0,0232					
Deflexión en Tiempo 0,5 s [mm]	0,0561					

Tipo	**Fecha de Investigación**	**N° Análisis**	**T °C**	**S[MPa]**	**Valor m**	**Criterio Stiffness**	**Criterio Valor m**
CA-24	19-04-2018	1	-12,0	83,7428	0,3898	CUMPLE	CUMPLE
		2	-12,0	74,0651	0,4114	CUMPLE	CUMPLE
		3	-18,0	207,0710	0,3565	CUMPLE	CUMPLE
		4	-18,0	208,0119	0,3737	CUMPLE	CUMPLE
		5	-24,0	No cumple deflexión mínima			
		6	-24,0				

Tabla B-6: Clasificación PG final del Ligante recuperado con Tolueno

Temperatura intermedia	
La Temperatura intermedia de un 64-22 es 25 °C, por lo cual se cumple, ya que G* sen δ ≤ 5000 [KPa] en 24,1[°C].	
Clasificación por Desempeño PG	
Clasificación	**64-22**