

Recuperación del ligante de mezclas bituminosas para su caracterización

1 OBJETO, FUNDAMENTO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Esta norma describe el procedimiento que debe seguirse para la recuperación y posterior caracterización del ligante soluble constitutivo de las mezclas bituminosas. El proceso de recuperación referido en esta norma asegura una alteración mínima de sus propiedades.

1.2 El procedimiento es adecuado para la recuperación de betunes y de betunes fluidificados, aunque con estos últimos los resultados pueden ser menos precisos. También se puede aplicar a la recuperación del ligante betún-polímero, aunque en este caso se cuenta sólo con limitada experiencia (nota 1).

Nota 1. Con los asfaltos naturales, las propiedades del betún recuperado pueden resultar diferentes de las del ligante original

1.3 El ensayo es especialmente útil para conocer las alteraciones experimentadas por un ligante bituminoso, tanto durante el proceso de mezclado en caliente como posteriormente a lo largo de la vida de servicio de la mezcla bituminosa.

1.4 El ligante se extrae de la mezcla por disolución en diclorometano. Después de separar la parte insoluble, en esta norma se describen dos procedimientos, A y B, para la posterior eliminación del disolvente: uno mediante columna de fraccionamiento, aplicable a la mayoría de los ligantes bituminosos con las limitaciones ya indicadas en el apartado 1.2, y otro más sencillo mediante un matraz rotatorio, aplicable solamente a los betunes asfálticos de penetración.

2 SEGURIDAD Y SALUD

Los vapores de diclorometano son tóxicos, por lo que es obligado trabajar en vitrina bien ventilada. El diclorometano no es inflamable, pero en contacto con llamas o resistencias al rojo, sus vapores se transforman en fosgeno, gas sumamente tóxico, por lo que se extremarán las precauciones y no se fumará. Su utilización está sujeta a los límites de exposición que regule la legislación al respecto.

A: Método con columna de fraccionamiento

3 PRINCIPIO DEL MÉTODO

3.1 En este procedimiento, una vez extraído el ligante de la mezcla bituminosa con diclorometano y separada la fracción mineral insoluble, la solución se concentra por destilación a presión atmosférica mediante una columna de fraccionamiento. Las últimas trazas de disolvente se eliminan del concentrado a la temperatura de 175 °C, o de 100 °C por encima de la del punto de reblandecimiento supuesto del betún recuperado, si ésta es más alta, a la presión reducida de 20 kPa (200 mb o 150 mm Hg) y en atmósfera de dióxido de carbono (nota 2).

Nota 2. Cuando se trata de betunes fluidificados muy volátiles no debe utilizarse el dióxido de carbono.

4 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

4.1 **Recipiente para la muestra.** Un recipiente de vidrio de boca ancha con tapa, de suficiente capacidad para permitir la agitación de la muestra con el disolvente.

4.2 **Centrifuga.** Que pueda desarrollar una aceleración mínima de 25.000 m/s², equivalente a 2.550 veces la aceleración de la gravedad (2.550 g), y calculada según la expresión:

$$\text{aceleración} = 1.097 n^2 r 10^{-5}$$

en la que:

n = número de revoluciones por minuto (1 rpm = 0,1047 rad/s)

r = radio de giro, fondo del tubo, de la muestra, en mm.

Los tubos de la centrifuga deben estar firmemente asegurados.

4.3 **Sistema de filtración.** Embudos de 200 mm de diámetro y papeles de filtro Whatman n° 5 o similar.

Nota 3. Se puede usar satisfactoriamente la centrifuga suiza SMM descrita en la norma de ensayo NLT-164. Puede usarse igualmente cualquier centrifuga de 4 a 6 tubos de 200 cm³ o 500 cm³ de capacidad, con un radio de giro de 250 mm y a la velocidad de 3.000 rpm (314 rad/s).

4.4 Aparato de destilación. Montado según el esquema indicado en la figura 1, con todas las conexiones de juntas esmeriladas y cuyas partes esenciales son las siguientes:

4.4.1 Unidad de destilación. Está formada por un matraz de vidrio resistente al calor, de fondo redondo y 500 cm³ de capacidad, con una pieza adaptadora de tres bocas. Por la boca central se introduce un tubo de vidrio de 4 a 6 mm de diámetro interno hasta 5 mm del fondo del matraz, para suministrar la corriente de dióxido de carbono. A la boca lateral oblicua se ajusta un embudo de decantación de 250 cm³, cuyo vástago penetra hasta la altura indicada en la figura. La boca acodada se conecta a la columna de fraccionamiento, seguida de un condensador de vidrio enfriado con agua y un separador de Bertrand, terminando en el matraz colector para recoger el disolvente destilado. La columna de fraccionamiento es del tipo Dufton o Vigreux con una longitud efectiva de 300 a 400 mm. Para la recuperación de betunes asfálticos, la columna irá protegida con una camisa de vacío. En

el caso de betunes fluidificados se empleará la columna sin camisa de protección. El ajuste de las conexiones esmeriladas se realiza mediante juntas de teflón.

4.4.2 Equipo de vacío. Que pueda proporcionar un vacío aproximado de 20 kPa (200 mb o 150 mm Hg). Puede utilizarse una bomba de vacío, aunque debido al riesgo de dañarla por los vapores del disolvente si no se dispone de un sistema adecuado de eliminación, es preferible utilizar una buena trompa de agua que proporcione los mismos resultados.

4.4.3 Manómetro. Para la medida del vacío se puede utilizar un manómetro del tipo aneróide como el indicado en la figura 1, aunque es preferible por su exactitud el empleo de un manómetro de mercurio con rama en U, como el que se muestra en la figura 2.

4.4.4 Baño de aceite. De capacidad adecuada al matraz de vidrio empleado, calentado eléctricamente y provisto de termostato. El aceite utilizado debe ser resistente a las temperaturas del ensayo, y alcanzar una temperatura de 100 °C por encima del punto de reblandecimiento del betún recuperado o de 175 °C, de las dos la más alta.

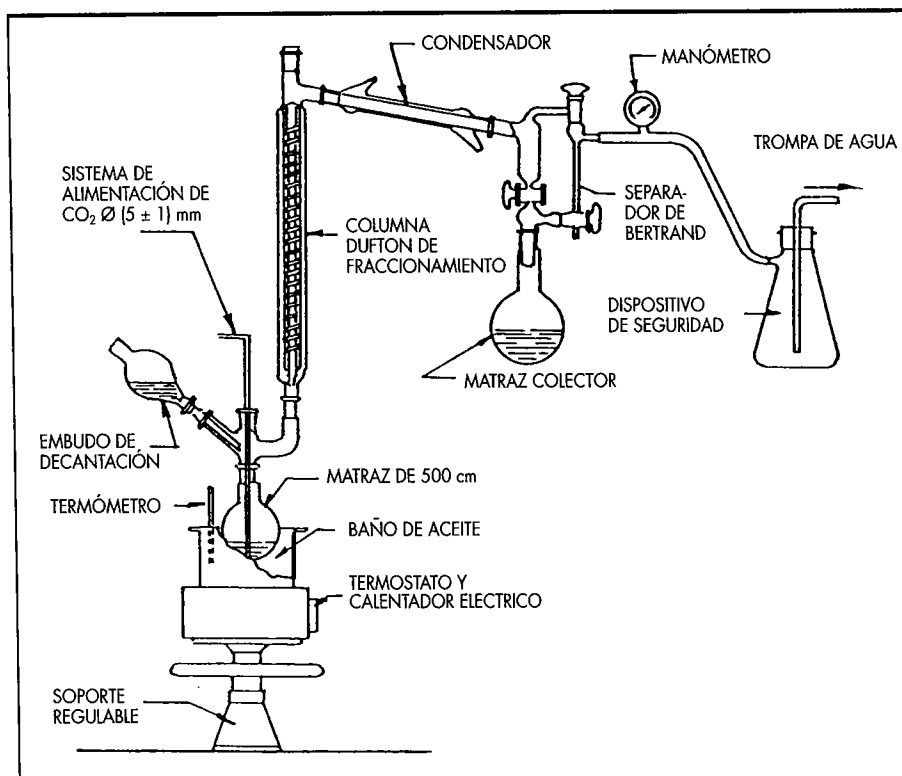


FIGURA 1. Esquema del aparato de destilación mediante columna de fraccionamiento.

4.4.5 Soporte regulable. Para servir de apoyo al baño de aceite y con altura regulable manualmente para los desplazamientos verticales del baño.

4.4.6 Termómetro de 100 °C a 200 °C y graduado en 0,5 grados, para las temperaturas del baño de aceite.

4.5 Disolvente. Diclorometano R. A. (cloruro de metileno), destilando el 95 % entre 39,6 °C y 40,2 °C y el 100 % a 42 °C (véase apartado 2 Seguridad y Salud).

4.6 Dióxido de carbono, en botella a presión y con válvula de regulación acoplada.

4.7 Cloruro cálcico escoriforme.

4.8 Caudalímetro, graduado para caudales de dióxido de carbono entre 0 y 30 ml/minuto a 15 °C y a la presión de 20 kPa.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Preparación de la muestra

5.1.1 General. Se coloca en el recipiente para muestra la mezcla bituminosa suficiente para obtener por disolución la cantidad de ligante bastante para los ensayos de caracterización prescritos, aunque en ningún caso esta cantidad debe ser mayor de 250 g de ligante soluble. Se añaden aproximadamente 1.500 cm³ de diclorometano y unos 5 g de cloruro cálcico por cada gramo de agua que pueda estar presente en la muestra. El contenido se agita convenientemente hasta que se haya disuelto todo el ligante.

5.1.2 Preparación de la solución para ensayo. Se deja la solución en reposo entre 10 y 30 minutos y se separa por decantación a través de un tamiz conveniente la parte mineral no fina. La separación final de finos y polvo mineral puede realizarse por filtración, centrifugación o ambos procedimientos; por ejemplo, una filtración durante la noche seguida de centrifugación a la mañana siguiente. Sin embargo, cuando hay polvo mineral en la muestra, la operación de separarlo de la fracción soluble por filtración puede resultar extremadamente lenta y dificultosa, por lo que es preferible en estos casos la separación por centrifugación durante 20 minutos y con una aceleración mínima de 25.000 m/s² (nota 4).

Nota 4. Si después de una tentativa de filtración de unas 16 horas, o toda una noche, queda aún una pasta por filtrar de unos 5 cm de

espesar en el papel de filtro, se pasa éste y su contenido con cuidado a un matraz y se añade diclorometano puro hasta disolver de nuevo la muestra. A continuación se separa por centrifugación como se indica en 5.1.2.

5.1.3 Humedad. Durante todas estas operaciones de separación de la parte mineral, deben extremarse las precauciones para evitar la condensación de humedad en la solución. Principalmente hay que reducir a un mínimo la evaporación de diclorometano, por el riesgo de condensación que lleva consigo. La disolución se reserva en un recipiente cerrado hasta la destilación.

5.2 Comprobación de la impermeabilidad al aire del aparato de destilación. Se monta el conjunto de destilación como se indica en la figura 1, con todas sus juntas esmeriladas untadas ligeramente con vaselina o glicerina, aunque no con silicona. Se conectan a continuación y por este orden la botella de dióxido de carbono, la válvula de regulación, el caudalímetro y, finalmente, el tubo de goma de suministro del gas con el tubo de vidrio ajustado en la boca central del matraz. Con la válvula del gas cerrada y todas las demás del aparato abiertas, reducir la presión lentamente desde la atmosférica hasta unos 20 kPa (200 mb o 150 mm Hg). Se cierra entonces la válvula del manómetro que aísla el sistema de vacío y se comprueba durante diez minutos que no hay aumento de presión en el manómetro mayor de 2 kPa.

Nota 5. Es de la mayor importancia que no entre aire por ninguna unión del equipo de suministro del gas, principalmente en las conexiones y en el tubo flexible de suministro.

5.3 Destilación de la muestra

5.3.1 Se introducen en el matraz dos o tres trozos de plato poroso para ayudar a la destilación.

5.3.2 Se añaden al matraz, a través del embudo de decantación, 100 cm³ de la disolución preparada según el apartado 5.1.2 y se comienza la calefacción, elevando la temperatura del baño hasta los (100 ± 5) °C. Una vez iniciada la destilación, se introducen de vez en cuando a través del embudo pequeñas cantidades de disolución al matraz, procurando mantener un volumen constante que, en ningún caso, debe exceder los 250 cm³. La temperatura del baño se debe mantener igualmente en los 100 °C. Cuando se haya añadido al matraz la totalidad de la disolución, continuar la destilación para concentrar el extracto, dejando que la temperatura suba de forma natural, sin tocar los mandos de la calefacción.

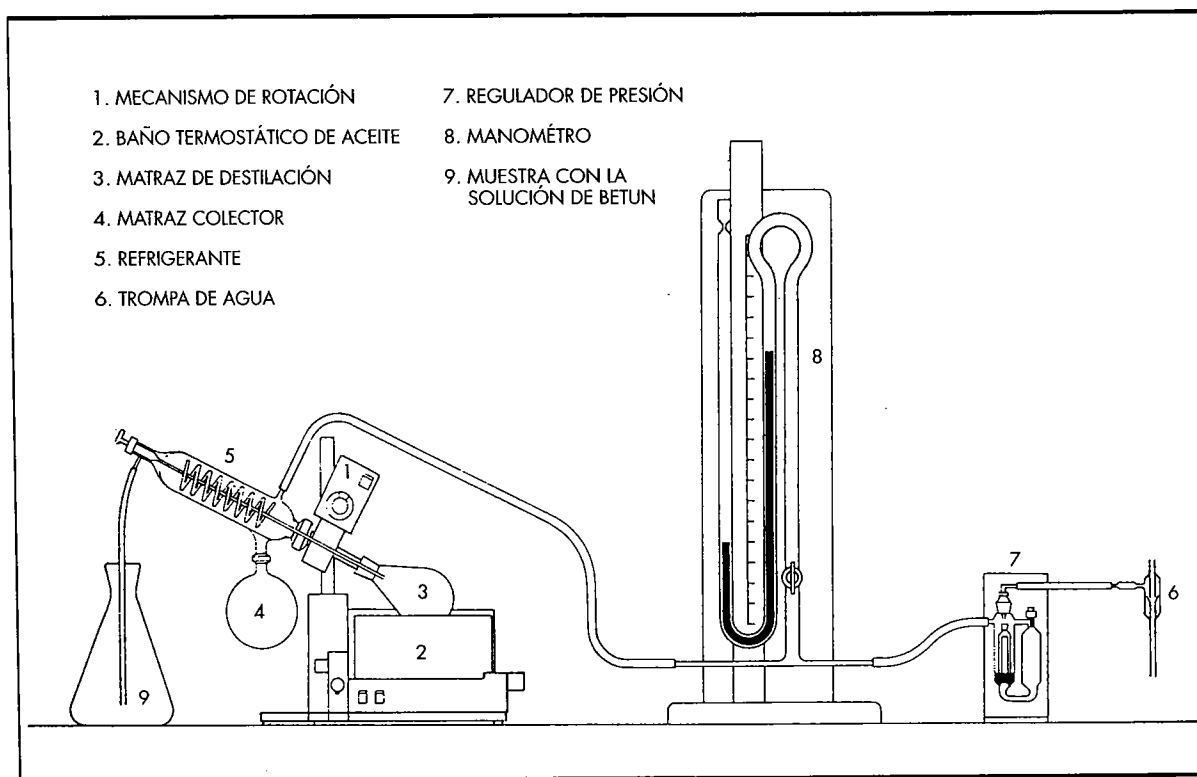


FIGURA 2. Esquema del aparato de destilación mediante destilador rotatorio.

5.3.3 Cuando la velocidad de destilación haya descendido hasta unas 10 gotas por minuto, se sube la temperatura del baño de aceite hasta alcanzar, entre unos 20 y 30 minutos, los $175\text{ }^{\circ}\text{C}$, o $(100 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ por encima de la del punto de reblandecimiento supuesto del betún recuperado, si ésta es mayor. Si no se conoce el punto de reblandecimiento se calienta hasta $(175 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Nota 6. Si se forma espuma durante esta parte de la destilación, puede recurrirse a disminuir su velocidad bajando algo la temperatura. Es conveniente también agitar la muestra, para lo que se debe montar un agitador de varilla en el lugar del tubo de alimentación del gas. En este caso, una vez terminada esta parte de la destilación, habría que sustituir de nuevo el agitador por el tubo para el gas, cerciorándose de la hermeticidad de este cambio.

5.3.4 Finalmente, cuando la velocidad de destilación se reduzca a 3 ó 4 gotas por minuto durante cinco minutos seguidos, se ajusta la altura del baño hasta que el nivel del aceite esté entre 10 y 20 mm por encima de la solución en el matraz. Durante la destilación se habrá ido retirando periódicamente todo el disolvente destilado, no debiendo quedar en este instante ninguna cantidad en el matraz colector.

5.3.5 A continuación se abre la válvula de dióxido de carbono y se inicia el paso del gas a través del residuo del matraz, a razón de 10 cm^3 por minuto. Simultáneamente, se va reduciendo la presión en el interior del aparato hasta alcanzar en un tiempo entre 10 y 15 minutos el vacío prescrito de 20 kPa, actuando al mismo tiempo sobre la válvula de regulación del gas para mantener el caudal constante de 10 cm^3 por minuto. Estas condiciones de temperatura del baño, presión y caudal se mantienen así durante 45 minutos (nota 7).

Nota 7. Cuando el ligante para recuperar contenga disolventes muy volátiles, como en ciertos betunes fluidificados, no se pasa la corriente de dióxido de carbono.

5.3.6 Transcurridos los 45 minutos, se baja y aísla el baño de aceite del matraz y se cierra la válvula que separa el aparato del sistema de vacío, manteniendo la corriente de dióxido de carbono al mismo caudal hasta que se alcance en el aparato la presión atmosférica. Se espera hasta que deje de gotear la columna de fraccionamiento y se haya enfriado la muestra lo suficiente para que no se desprendan vapores. A continuación, se desmonta el matraz, se agita para mezclar bien su contenido, y se tapa.

5.3.7 Con el residuo de betún recuperado así obtenido se llenan los moldes, anillos, etc., necesarios para los ensayos de caracterización prescritos.

5.3.8 Para evitar la posibilidad de endurecimiento significativo del betún por el diclorometano (u otros disolventes) se completará totalmente el proceso de extracción y recuperación en no más de 24 horas.

6 RESULTADOS

6.1 Expresión de los resultados. En los resultados de los ensayos que se realicen con los ligantes recuperados se debe indicar la norma de ensayo y método seguido y el disolvente empleado para la recuperación. Igualmente, puede ser de interés acompañar estos resultados de todos aquellos datos sobre la mezcla original que puedan aportar alguna información.

7 PRECISIÓN (nota 8)

7.1 Para juzgar la aceptabilidad de los resultados de los ensayos de penetración y punto de reblandecimiento anillo y bola realizados sobre un betún recuperado según este método, se seguirán los siguientes criterios (95 % de probabilidad):

7.1.1 Repetibilidad. Los ensayos realizados por duplicado por un mismo operador y equipo sobre una misma muestra, se considerarán correctos si no difieren en más de las siguientes cantidades:

Penetración.....	5 unidades (0,1 mm)
Punto de reblandecimiento anillo y bola.....	2,5 °C

7.1.2 Reproducibilidad. Los ensayos realizados en distintos laboratorios con diferentes operadores y equipos sobre una misma muestra, se considerarán correctos si no difieren en más de las siguientes cantidades:

Penetración.....	$1,9 \sqrt{x}$ unidades
Punto de reblandecimiento anillo y bola.....	3,5 °C

siendo \bar{x} el valor medio de los resultados.

Nota 8. Este método no produce un resultado y por lo tanto no tiene estimadores de precisión. Si se aplican los estimadores para los ensayos de penetración y punto de reblandecimiento realizados con el betún recuperado. La determinación de la precisión se ha realizado utilizando los procedimientos descritos en las normas EN 1426 y EN 1427, a partir de un estudio estadístico realizado con muestras de betún de hasta 120 unidades de penetración.

B: MÉTODO CON EL DESTILADOR ROTATORIO

8 PRINCIPIO DEL METODO

8.1 El procedimiento de recuperación del ligante mediante el destilador rotatorio es de aplicación exclusiva a los betunes asfálticos.

8.2 En el ensayo, una solución del betún en diclorometano de una dilución determinada y exenta de materia mineral, se concentra por destilación y a presión reducida en un matraz en forma de pera, inclinado y rotatorio alrededor de su eje, lo que favorece la velocidad de evaporación del disolvente a causa de la gran superficie que adquiere la solución en estas condiciones.

9 APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

9.1 Material para la preparación de la solución. El material general para la disolución, filtración y centrifugación de la muestra es el mismo que se indica en los apartados 4.1, 4.2 y 4.3 de esta norma.

9.2 Aparato de destilación. Montado según el esquema indicado en la figura 2, con todas sus conexiones mediante juntas esmeriladas y compuesto por las siguientes partes:

9.2.1 Matraz de destilación. De vidrio resistente al calor y forma de pera, con una capacidad de 1 dm³.

9.2.2 Baño de aceite. Calentado eléctricamente y con termostato para una regulación de temperatura hasta unos 180 °C y precisión de ± 1 °C. El tipo de aceite empleado será adecuado a las temperaturas alcanzadas en el ensayo.

9.2.3 Mecanismo de rotación. Formado por un motor eléctrico y las transmisiones necesarias para obtener velocidades de rotación del matraz hasta unos 10 rad/s (unas 100 rpm).

9.2.4 Colector. Un matraz de vidrio esférico de 1 dm³ de capacidad para la recogida de los destilados.

9.2.5 Refrigerante. De doble serpentín.

9.3 Trompa de agua. Capaz de conseguir una presión reducida en el aparato de hasta 8 kPa (unos 60 mm de Hg.).

Nota 9. Puede utilizarse también una bomba de vacío (véase apartado 4.4.2).

9.4 Manómetro de mercurio. En U, del tipo indicado en la figura 2, y con válvula de cierre de separación del sistema de vacío.

9.5 Disolvente. Diclorometano, según el apartado 4.5 (véase apartado 2 Seguridad y Salud).

10 PROCEDIMIENTO

10.1 Preparación de la muestra. La muestra de solución de betún para el ensayo se prepara siguiendo los apartados 5.1.1 y 5.1.2, aunque con una concentración de unos 150 g de betún en 1.000 cm³ de diclorometano.

10.2 Montaje del aparato de destilación. El conjunto del aparato de destilación se monta según el esquema que se indica en la figura 2. El recipiente que contiene la muestra de solución se une mediante un tubo de goma al extremo del refrigerante, regulándose la admisión periódica de la muestra en el matraz mediante la correspondiente válvula de admisión situada en dicho extremo. El conjunto del aparato de destilación se fija a una varilla soporte vertical mediante una pieza que permita, además, regular su inclinación con la horizontal.

10.3 Comprobación de la hermeticidad al aire del aparato de destilación. Una vez montado el conjunto de destilación con todas sus uniones perfectamente ajustadas y cerrada la válvula de admisión, se hace girar el matraz de destilación a la velocidad de 7,8 rad/s (unas 75 rpm). Se pone en funcionamiento el sistema de vacío y se reduce gradualmente la presión a 8 kPa (unos 60 mm de Hg).

10.3.1 En estas condiciones, se aísla el aparato de destilación del sistema de vacío cerrando la llave correspondiente del manómetro y se comprueba durante cinco minutos que no se produce aumento de presión en el manómetro.

10.3.2 En caso contrario, se vuelven a revisar todas y cada una de las uniones y válvulas del aparato y se realiza una nueva comprobación de hermeticidad.

10.4 Destilación de la muestra.

10.4.1 Se introducen en el matraz de destilación unos 350 cm³ de disolución preparada según el apartado 10.1 y se sumerge el matraz en el aceite del baño hasta enrasar con el nivel de muestra.

10.4.2 Se inicia entonces una primera fase de la destilación, calentando el baño de aceite a la tem-

peratura de $(40 \pm 1) ^\circ\text{C}$, con una velocidad de rotación del matraz de 7,8 rad/s (75 rpm) y una presión reducida de 50 kPa (375 mm Hg).

10.4.3 Se continúa en estas condiciones la destilación hasta que el volumen de muestra en el matraz se reduzca a unos 100 cm³. Se abre entonces con cuidado la llave de admisión de muestra y se deja que ésta fluya por aspiración al matraz hasta que se reponga el nivel inicial. Se repite esta operación las veces necesarias hasta agotar la totalidad de la muestra en el recipiente.

10.4.4 Cuando en las condiciones de trabajo fijadas en esta primera fase ($40 ^\circ\text{C}$ y 40 kPa) se observe que ya no se produce en la práctica destilación de disolvente, se comienza a elevar progresivamente la temperatura del baño hasta los $160 ^\circ\text{C}$. A continuación se reduce progresivamente la presión hasta llegar a 8 kPa (unos 60 mm Hg). Esta operación debe realizarse en unos 20 minutos.

10.4.5 La destilación se continúa en estas nuevas condiciones de presión y temperatura durante 15 minutos, debiendo comprobarse al final de este tiempo mediante una iluminación apropiada que ya no se forman burbujas en la muestra. En caso contrario, continuar la destilación durante cinco minutos más y si al final de este periodo persisten las burbujas hay que repetir todo el ensayo.

10.4.6 Terminada la destilación, se saca el matraz del baño de aceite y se restablece en el aparato la presión atmosférica. Se desmonta el matraz y se tapa, pudiendo mantenerlo en caliente por un poco de tiempo a la temperatura de vertido, hasta llenar los moldes, cajas o anillos necesarios para la realización de los ensayos de caracterización prescritos.

10.5 Comprobación del procedimiento operativo (Prueba en blanco del aparato). Como comprobación del estado del aparato de destilación, se disuelven 100 g de un betún de penetración conocida, en 600 g de diclorometano y se realiza con la disolución así obtenida la recuperación, siguiendo el procedimiento completo descrito en esta norma. En el betún recuperado, la media de, al menos, dos ensayos de penetración, no debe diferir de la penetración conocida en más de cinco unidades. Este tipo de pruebas en blanco puede servir igualmente para el adiestramiento del personal operativo.

Nota 10. Si se quiere comprobar la eliminación total del disolvente se puede realizar un espectro infrarrojo sobre una pequeña muestra de betún recuperado, preparando una película fina de ligante entre dos cristales de cloruro sódico y observando las bandas características del diclorometano (1.264 cm^{-1} y 740 cm^{-1}).

11 RESULTADOS

11.1 Expresión de los resultados. Para la expresión de los resultados siguiendo este método, se seguirá lo indicado en el apartado 6.1.

12 PRECISIÓN (nota 8)

12.1 Para juzgar la aceptabilidad del resultado del ensayo de penetración sobre un betún recuperado según este método, se seguirán los siguientes criterios :

12.1.1 Repetibilidad. Los ensayos realizados por duplicado por un mismo operador y equipo sobre una misma muestra, se considerarán correctos si no difieren en más de las siguientes cantidades:

Penetración.....	0,010 \bar{x}
Punto de reblandecimiento..	1,9 °C

Siendo \bar{x} el valor medio de los resultados.

12.1.2 Reproducibilidad. Los ensayos realizados en distintos laboratorios con diferentes operadores y equipos, se considerarán correctos si no difieren en más de las siguientes cantidades:

Penetración.....	0,027 \bar{x}
Punto de reblandecimiento..	3,4 °C

siendo \bar{x} el valor medio de los resultados.

Nota 11. La determinación de la precisión se realizó utilizando los procedimientos descritos en las normas EN 1426 y EN 1427. Los valores de precisión tal como se definen en ISO 4259:1992, se han calculado con un estudio estadístico de los resultados obtenidos en 10 laboratorios con 4 muestras de betún cuyas penetraciones originales estaban comprendidas entre 50 y 200 décimas de milímetro.

13 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

13.1 Método A con columna de fraccionamiento:

IP 105/82 (1986) "Recovery of Bituminous Binders by Dichloromethane Extraction". (ST-E-2).

ASTM D 1856-95a "Test Method for Recovery of Asphalt from Solution by Abson Method".

PrEN 12697-3. "Test Methods for hot mix asphalt-Part 3: Bitumen Recovery: Fractionating column". (Final Draft. May 2000).

13.2 Método B con destilador rotatorio:

CEDEX. Centro de Estudios de Carreteras - RI-LEM.

PrEN 12697-4. "Test Methods for hot mix asphalt-Part 4: Bitumen Recovery: Fractionating column". (Final Draft. May 2000).

14 NORMAS PARA CONSULTA

NLT-130 "Solubilidad en disolventes orgánicos de los materiales bituminosos".

NLT-164 "Contenido de ligante de mezclas bituminosas".