

Contenido de ligante en mezclas bituminosas por el método de combustión

1 OBJETO, FUNDAMENTO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Esta norma de ensayo describe el procedimiento que debe seguirse para determinar el contenido de ligante en mezclas bituminosas por eliminación del ligante asfáltico mediante combustión en horno a 540 °C. El árido que queda después del ensayo se puede utilizar para su análisis granulométrico. Con algún tipo de árido puede producirse degradación de sus partículas.

1.2 El ligante asfáltico constitutivo de la mezcla se quema en un horno adecuado al propósito del ensayo. El contenido de ligante se calcula por diferencia entre la masa de la mezcla inicial y la masa del árido remanente. Este contenido de ligante se expresa, en masa, como porcentaje de la mezcla libre de humedad. Se describen dos métodos de ensayo. El método de ensayo A refiere el procedimiento que utilice un horno con sistema interno de pesada automática. El método B se aplica cuando se utilice un horno sin este sistema.

1.3 El procedimiento es adecuado para la determinación cuantitativa del ligante asfáltico, tanto si éste está presente modificado o sin modificar, en control de calidad, ensayos de aceptación y estudios de evaluación de las mezclas. Como no requiere la utilización de disolventes, su utilización es, en contraposición de los métodos clásicos, ventajosa en relación con el ambiente y la salud.

2 APARATOS Y MATERIAL NECESARIO

2.1 Balanza, con lectura de 0,1 g y capacidad para determinar la masa de la muestra, de las bandejas de muestra y de la bandeja receptora.

2.2 Bandeja(s), de tamaño adecuado para que se pueda esparcir la muestra en capa delgada y uniforme, de manera que el aire pueda circular alrededor y entre sus partículas. La muestra quedará encerrada completamente con una malla metálica o chapa perforada de acero inoxidable u otro material adecuado (nota 1).

Nota 1. La malla metálica o las placas tendrán unas aberturas, máxima y mínima, de 3,35 mm y 0,60 mm, respectivamente.

2.3 Bandeja receptora, de tamaño adecuado para que pueda sostener las bandejas de muestra, de manera que las partículas de árido y el ligante fundido que se desprendan, a través de la malla o de la chapa perforada, se recojan en ella.

2.4 Cogedor, para introducir y sacar las bandejas de muestra y receptora en el horno.

2.5 Espátulas, bandejas, recipientes y cepillos para la manipulación de las mezclas calientes y para retirar el árido de las bandejas de muestra y receptora después del ensayo.

2.6 Guantes adecuados para aislar y resistir temperaturas de 580 °C.

2.7 Estufa de tiro forzado para secar los áridos y las mezclas bituminosas y precalentar la mezcla antes del ensayo, que pueda alcanzar y mantener una temperatura de (110 ± 5) °C.

2.8 Horno de combustión, de acuerdo con el método adoptado se utilizará el descrito en 5.1.1 ó en 8.1.1.

3 SEGURIDAD Y SALUD

3.1 La temperatura del horno, de las muestras y bandejas al sacarlas de éste, es extremadamente alta. Por tanto se debe poner en todo momento el máximo cuidado cuando se manipulen, pues pueden producirse serios daños, quemaduras graves o fuego. Tanto la muestra como las bandejas de muestra o receptora se colocarán en el interior de una jaula de seguridad y no se dejarán enfriar cerca de materiales que sean susceptibles de inflamarse a las temperaturas altas que se producen en este procedimiento. Se seguirán rigurosamente las instrucciones del manual del fabricante del horno.

4 OBTENCIÓN Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA DE ENSAYO

4.1 Las muestras de árido se obtienen según la norma NLT-148.

4.2 Las muestras de mezcla bituminosa se obtienen según las normas NLT-300, 314 ó 348, según convenga.

4.3 Las muestras de ligante asfáltico se obtienen según la norma NLT-121.

4.4 Preparación:

4.4.1 Si la muestra no está suficientemente blanda para disgregarla con una espátula, se coloca en una bandeja grande y plana y se calienta en una estufa a (110 ± 5) °C hasta que se ablande. Se cuartea el material a fin de obtener la masa de material necesaria para ensayo.

4.4.2 La masa mínima de muestra para ensayo depende del tamaño máximo nominal del árido constitutivo de la mezcla, conforme a lo que se refiere en la tabla 1 (nota 2).

Nota 2 Cuando la masa de muestra de ensayo exceda la capacidad del equipo utilizado, se puede dividir en fracciones adecuadas, ensayar estas fracciones individualmente y combinar los resultados obtenidos proporcionalmente para calcular el contenido de ligante. Las cantidades de muestra no sobrepasarán en 400 g la masa mínima estipulada. Masas grandes de mezclas con árido fino, implican una combustión incompleta.

MÉTODO DE ENSAYO A

5 APARATOS

5.1 Además de lo referido en el apartado 2, se requiere:

5.1.1 Horno apto para alcanzar y mantener una temperatura mínima de 580 °C. Dispondrá de un sistema interno de pesada automático que pueda medir masas de muestra de al menos 2.500 g. La cámara del horno tendrá capacidad suficiente para acomodar, como mínimo, la mencionada masa de muestra. También incluirá un sistema de adquisición de datos

y de cálculo para que la pérdida de masa de la muestra se pueda determinar automáticamente con precisión de 0,1 g y que, además, estos datos se muestren en pantalla, impresos o ambos en el transcurso del ensayo. El ensayo se considera terminado cuando la diferencia entre las determinaciones de la pérdida de masa no exceda del 0,01% de la masa de la muestra en tres medidas consecutivas realizadas con intervalos de un minuto. El equipo estará provisto de un sistema que proporcione un impreso con los resultados del ensayo. El horno incorporará el dispositivo adecuado para reducir a niveles aceptables las emisiones gaseosas al laboratorio, conduciendo éstas al exterior, mediante un ventilador que sea capaz de impeler el aire a su través. La puerta del horno no se podrá abrir durante el proceso de combustión.

5.1.2 Filtros, si se requiere, del tipo que especifique el fabricante del horno.

6 CALIBRACIÓN

6.1 Los resultados del ensayo pueden ser afectados por el tipo de árido en la mezcla, puesto que áridos distintos pierden, cuando se queman, masa en grado diferente. Los resultados también pueden alterarse por la presencia de aditivos y modificadores en la mezcla bituminosa. En consecuencia, para optimizar la exactitud, se debe establecer un término de calibración, ensayando tres (3) muestras de calibrado por cada tipo de mezcla en cuestión. La calibración se efectuará con una mezcla preparada para este fin, que incluirá aditivos, modificadores o ambos, si están especificados.

6.2 Se obtienen muestras del árido combinado, según 4, que se vaya a utilizar en la mezcla bituminosa. La muestra será aproximadamente de igual masa y granulometría que la que se empleará en el ensayo (véase 7.1).

6.3 Se obtiene muestra del ligante, según 4.

Tamaño máximo nominal árido (mm)	Tamiz UNE	Masa mínima de muestra (g)
5	5	500
10	10	1000
12,5	12,5	1500
20	20	2000
25	25	3000
40	40	4000

TABLA 1. Masa mínima de muestra para ensayo.

6.4 Se secan los áridos en la estufa hasta masa constante (variación de su masa no mayor del 0,1% en dos determinaciones consecutivas separadas una hora).

6.5 Se pone en marcha el horno para que alcance una temperatura de $(540 \pm 5)^\circ\text{C}$.

6.6 Los áridos y el ligante bituminoso se calientan en la estufa hasta 150°C , aproximadamente. Se calientan también, a la misma temperatura, todos los utensilios para el mezclado.

6.7 Antes de preparar las muestras de mezcla para el calibrado, se hará una amasada inicial para "manchar" previamente el equipo de mezclado, acondicionándolo y así asegurar un contenido preciso de ligante. Se quita y se desecha esta mezcla, raspando las paredes del recipiente, dejando una capa fina y uniforme de material adherido a ellas (nota 3).

Nota 3 Esta amasada para "manchar" evita que se originen errores por causa de que en las muestras de calibrado se produzcan pérdidas de material al quedar parte de él adherido a las paredes del recipiente de mezclado, si éste está limpio.

6.8 Se preparan tres (3) muestras de calibración con el contenido de ligante (B) especificado. Se incorporan, si es el caso, los aditivos o modificadores previstos.

6.9 Se determina y registra la masa de la(s) bandeja(s) de muestra y de la bandeja receptora con aproximación de 0,1 g.

6.10 Se distribuye la muestra uniformemente en la(s) bandeja(s).

6.11 Se determina la masa de la muestra y bandejas con aproximación de 0,1 g. Se calcula y registra la masa inicial de muestra (M_i).

6.12 Se calienta la muestra para calibrado en el horno a $(540 \pm 5)^\circ\text{C}$ hasta que la variación de masa de la muestra medida en tres (3) intervalos consecutivos de un (1) minuto cada uno no exceda de 0,01% de la masa de la muestra inicial (M_i).

6.13 Se mide y registra la masa final (M_f) de la muestra después de la combustión con aproximación de 0,1 g. Esta masa se puede obtener inmediatamente de concluido el ensayo mediante el sistema de presentación del resultado impreso o en pantalla.

6.14 El término de calibración (C) se calcula con la siguiente expresión:

$$C = \left(\frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100 \right) - B$$

en donde:

M_i = masa total de la mezcla de calibración antes de la combustión.

M_f = masa total de la mezcla de calibración después de la combustión.

B = ligante asfáltico en la mezcla, en masa sobre la masa total de la mezcla, expresado como porcentaje.

6.15 Se repiten todas las acciones referidas anteriormente con dos muestras de calibración adicionales. Se calcula el término de calibración medio de las tres determinaciones de C.

6.16 La temperatura para el ensayo de muestra de mezcla bituminosa será la misma que la establecida para los ensayos de muestra para calibración.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Se toma la muestra de mezcla bituminosa según requiere el apartado 4. La masa de la muestra debe ser aproximadamente la misma que la utilizada para la calibración (véase 6.2.).

7.2 Se seca la mezcla en la estufa hasta masa constante a una temperatura de $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$, o se determina el contenido de humedad de la muestra según las normas NLT-123 y NLT-184, y con éste se corrige la pérdida de masa por humedad.

7.3 Se enciende el horno y se programa la temperatura a $(540 \pm 5)^\circ\text{C}$. Las muestras se pueden introducir en el horno a temperaturas más bajas, puesto que éste rápidamente las calentará a la temperatura especificada, una vez que empiece la combustión.

7.4 Se determina y registra la masa de la(s) bandeja(s) de muestra y de la receptora con aproximación de 0,1 g.

7.5 Se distribuye y extiende uniformemente la muestra en la(s) bandeja(s) para muestra.

7.6 Se determina la masa de la muestra, de la(s) bandeja(s) de muestra y de la bandeja receptora con aproximación de 0,1g. Se calcula y registra la masa inicial de la muestra (M_B).

7.7 Se calienta la muestra en el horno a la temperatura especificada hasta que la diferencia entre

determinaciones de la pérdida de masa no excedan del 0,01% de la masa de la muestra (M_B) medida en tres (3) intervalos consecutivos de un (1) minuto cada uno. Este hecho se realiza automáticamente por el sistema de cálculo del horno.

7.8 El sistema de cálculo del horno mide y registra automáticamente, la masa de los áridos (M_A) de la muestra después de la combustión con aproximación de 0,1 g. La masa se obtiene inmediatamente después de concluido el ensayo por sustracción del valor de la pérdida de masa medida por el sistema, del valor de la masa inicial de la mezcla (M_B).

7.9 El contenido corregido de ligante lo calcula automáticamente el sistema de cálculo del horno, acorde con la siguiente expresión:

$$\%B = \left(\frac{M_B - M_A}{M_B} \times 100 \right) - C$$

donde:

$\%B$ = contenido de ligante medido en porcentaje en masa sobre muestra de mezcla bituminosa seca en estufa.

M_B = masa total de mezcla bituminosa antes del ensayo de combustión.

M_A = masa total del árido remanente después del ensayo de combustión, y

C = término de calibración obtenido según se refiere en el apartado 6 y que se ha introducido previamente en el sistema de cálculo del horno.

MÉTODO DE ENSAYO B

8 APARATOS

8.1 Además de los referidos en el apartado 2, se requiere:

8.1.1 Horno apto para alcanzar y mantener una temperatura mínima de 580 °C. Estará equipado con un ventilador que impulse el aire a través del horno para facilitar la combustión. La cámara del horno tendrá la capacidad suficiente para acomodar muestras de al menos 2500 g. Se incorporará un sistema para reducir a niveles aceptables las emisiones de gases al laboratorio para lo cual se llevarán estas emisiones al exterior. La puerta del horno no se podrá abrir durante el ensayo de combustión.

8.1.2 Filtros, si se requieren, serán del tipo que especifique el fabricante del horno.

9 CALIBRACIÓN

9.1 Los resultados del ensayo pueden ser afectados por el tipo de áridos en la mezcla puesto que áridos distintos pierden, cuando se queman, masa en grado diferente. Los resultados también pueden alterarse por la presencia de aditivos y modificadores en la mezcla bituminosa. En consecuencia, para optimizar la exactitud, se debe establecer un término de calibración, ensayando tres (3) muestras de calibrado por cada tipo de mezcla en cuestión. La calibración se efectuará con una mezcla preparada para este propósito, que incluirá aditivos, modificadores o ambos, si es el caso.

9.2 Se obtienen muestras del árido combinado, según 4, que se vaya a utilizar en la mezcla bituminosa. La muestra será aproximadamente de igual masa y granulometría que la que se empleará en el ensayo (véase 10.1).

9.3 Se obtiene muestra del ligante según 4.

9.4 Se secan los áridos en la estufa hasta masa constante (variación de su masa no mayor del 0,1% en dos determinaciones consecutivas separadas una hora).

9.5 Se pone en marcha el horno para que alcance una temperatura de (540±5) °C.

9.6 Los áridos y el ligante bituminoso se calientan en la estufa hasta 150 °C, aproximadamente. Se calientan también, a la misma temperatura, todos los utensilios para el mezclado.

9.7 Antes de preparar las muestras de mezcla para el calibrado, se hará una amasada inicial para "manchar" previamente el equipo de mezclado, acondicionándolo, y así asegurar un contenido preciso de ligante. Se elimina y desecha esta mezcla, raspando las paredes del recipiente, dejando una capa fina y uniforme de material adherido a ellas (nota 4).

Nota 4 Esta amasada para "manchar" evita que se originen errores por causa de que en las muestras de calibrado se produzcan pérdidas de material al quedar parte de él adherido a las paredes del recipiente de mezclado si éste está limpio.

9.8 Se preparan tres (3) muestras de calibración con el contenido B de ligante especificado. Se incorporan, si es el caso, los aditivos o modificadores previstos.

9.9 Se determina y registra la masa de la(s) bandeja(s) de muestra y de la bandeja receptora con aproximación de 0,1 g.

9.10 Se distribuye la muestra uniformemente en la(s) bandeja(s).

9.11 Se determina la masa de la muestra y bandejas con aproximación de 0,1 g. Se calcula y registra la masa inicial de la muestra (M_i).

9.12 Se calienta la muestra para calibrado en el horno a (540 ± 5) °C durante 45 minutos como mínimo.

9.13 Se saca la muestra del horno y se deja enfriar durante unos 10 minutos.

9.14 Se determina y anota la masa final (M_f) de la muestra después de la combustión con aproximación de 0,1g.

9.15 Se vuelve a colocar la muestra en el horno.

9.16 Una vez alcanzada la temperatura de (540 ± 5) °C, se calienta la muestra durante 15 minutos.

9.17 Se saca la muestra del horno y se deja enfriar durante unos 10 minutos.

9.18 Se determina y anota la masa (M_f) de la muestra después de la combustión con aproximación de 0,1g.

9.19 Se repiten las acciones 12.15 a 12.18 hasta que las diferencias en la masa (M_f) de la muestra después de la combustión no exceda del 0,01% de la masa de la muestra inicial (M_i).

9.20 Se anota el último valor obtenido para M_f como la masa (M_f) de la muestra después de la combustión.

9.21 Se calcula el término de calibración (C) como sigue:

$$C = \left(\frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100 \right) - B$$

donde:

M_i = masa total de la muestra de calibración antes de la combustión.

M_f = masa total de la muestra de calibración después de la combustión.

B = porcentaje de ligante asfáltico en la mezcla, en masa, respecto a la masa de la mezcla inicial.

9.22 Se repiten todas las acciones referidas anteriormente con dos muestras de calibración adicionales.

Se calcula el término de calibración medio de las tres determinaciones de C.

9.23 La temperatura para el ensayo de muestra de mezcla bituminosa será la misma que la establecida para los ensayos de muestra para calibración.

10 PROCEDIMIENTO

10.1 Se toma la muestra de mezcla bituminosa según el apartado 4. La masa de muestra debe ser aproximadamente la misma que la utilizada para la calibración (véase 9.2).

10.2 Se seca la muestra de la mezcla en la estufa hasta masa constante a una temperatura de (110 ± 5) °C, o se determina el contenido de humedad de la muestra de acuerdo con las normas NLT-123 y NLT-148, y con éste se corrige la pérdida de masa por humedad.

10.3 Se enciende el horno y se programa a (540 ± 5) °C. Las muestras se pueden introducir en el horno a temperaturas significativamente más bajas puesto que éste rápidamente las calentará a la temperatura especificada una vez que empieza la combustión.

10.4 Se determina y anota la masa de la(s) bandeja(s) de muestra y de la receptora con aproximación de 0,1 g.

10.5 Se distribuye y extiende uniformemente la muestra en la(s) bandeja(s) para muestra.

10.6 Se determina la masa de la muestra, de la(s) bandeja(s) de muestra y de la bandeja receptora con aproximación de 0,1g. Se calcula y anota la masa inicial de la muestra (M_B).

10.7 Se calienta la muestra en el horno a (540 ± 5) °C durante al menos 45 minutos.

10.8 Después de la combustión se saca la mezcla del horno y se deja enfriar durante 10 minutos como mínimo.

10.9 Se mide y anota la masa (M_A) de la muestra después de la combustión con aproximación de 0,1g.

10.10 Se coloca, nuevamente, la muestra en el horno.

10.11 Después de que el horno alcance la temperatura especificada se calienta la muestra durante 15 minutos.

10.12 Se saca la muestra del horno y se deja enfriar durante 10 minutos, como mínimo.

10.13 Se determina y anota la masa (M_A) de la muestra después de la combustión con aproximación de 0,1 g.

10.14 Se repiten las acciones de 10.10 a 10.13 hasta que las diferencias en la masa (M_A) de la muestra después de la combustión no exceda del 0,01% de la masa de la muestra inicial (M_B).

10.15 Se anota el último valor obtenido para M_A como la masa (M_A) de la muestra después de la combustión (nota 5).

Nota 5 Las acciones 10.10 a 10.15 pueden ser innecesarias si se demuestra con los datos de calibración de la mezcla que se puede alcanzar la constancia de masa por calentamiento de la muestra en el horno una sola vez. El tipo y la masa de la mezcla para ensayo deben ser razonablemente similares a los de la muestra de calibrado.

10.16 Se calcula el contenido corregido de ligante asfáltico con la siguiente expresión:

$$\%B = \left(\frac{M_B - M_A}{M_B} \times 100 \right) - C$$

donde:

$\%B$ = contenido de ligante en porcentaje en masa respecto a la masa de mezcla bituminosa seca en estufa.

M_B = masa total de la muestra de mezcla bituminosa antes del ensayo de combustión.

M_A = masa total del árido remanente después del ensayo de combustión.

C = término de calibración obtenido según se refiere en el apartado 9.

11 RESULTADOS

11.1 El informe de resultados incluirá:

11.1.1 Fecha.

11.1.2 Identificación del árido y del tipo de mezcla

11.1.3 Número de ensayo.

11.1.4 Datos del calibrado.

11.1.5 Masa de la muestra de mezcla bituminosa, antes y después del ensayo de combustión (aproximación a 0,1 g).

11.1.6 Contenido de ligante determinado (aproximación a 0,01%).

11.1.7 Granulometría del árido, si se ha realizado.

12 PRECISIÓN

12.1 La precisión estimada para el ensayo, que se muestra en la tabla 2, se determinó en un estudio de anillo (round-robin) realizado con mezclas bituminosas de rodadura.

12.2 Error. El error de ensayo no se ha determinado en la fecha de publicación de esta norma.

13 CORRESPONDENCIA CON OTRAS NORMAS

ASTM D 6307-98 "Standard Test Method for Asphalt Content of Hot-Mix Asphalt by Ignition Method".

AASHTO TP 53-97 "Standard Test Method for Determining the Asphalt Content of Hot Mix Asphalt (HMA) by the Ignition Method".

CEN. prEN 12697-39: Dec. 1999. "Test methods for hot mix asphalt. Binder content by ignition".

14 NORMAS PARA CONSULTA

NLT-165 "Análisis granulométrico de los áridos recuperados de las mezclas bituminosas".

NLT-123 "Agua en los materiales bituminosos".

15 BIBLIOGRAFÍA

Brown, E.R. and Mager, S.: "Asphalt Content by Ignition Round Robin Study. National Center for Asphalt Technology (NCAT) TRB 1999.

Contenido de ligante	Desviación típica %	Diferencia máxima aceptable entre dos resultados, %
Repetibilidad	0,04	0,11
Reproducibilidad	0,06	0,17

Nota. Estos estimadores se calcularon sobre la base de cuatro tipos de áridos, cuatro duplicados y doce laboratorios. Ningún resultado fue eliminado por aberrante. Los áridos son poco absorbentes.

TABLA 2. Precisión del ensayo.