

EXTRACCIÓN CUANTITATIVA DEL ASFALTO EN MEZCLAS PARA PAVIMENTOS

INV E – 732 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Esta norma describe métodos para la determinación cuantitativa del asfalto en mezclas asfálticas en caliente y en muestras tomadas de pavimentos. A los agregados obtenidos mediante estos métodos se les puede realizar el análisis granulométrico, empleando la norma de ensayo INV E-782.
- 1.2** Esta norma reemplaza la norma INV E-732-07.

Nota 1: Los resultados obtenidos con estos métodos se pueden ver afectados por la edad de los materiales ensayados; es así como las muestras más viejas tienden a producir contenidos ligeramente menores de asfalto. Se obtienen mejores resultados cuantitativos cuando el ensayo se efectúa sobre mezclas y pavimentos inmediatamente después de su preparación y colocación.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

- 2.1** El ligante de la mezcla se extrae con tricloroetileno, bromuro de n-propilo (nPB) o cloruro de metileno, empleando el equipo de extracción aplicable al método particular. El contenido de asfalto se calcula por diferencia a partir de la masa del agregado extraído, del contenido de humedad, y del material mineral en el extracto. El contenido de asfalto se expresa como porcentaje en masa de la mezcla asfáltica libre de humedad.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1** Se pueden emplear todos los métodos para hacer determinaciones cuantitativas de asfalto en mezclas en caliente para pavimentos y en muestras tomadas de pavimentos para su aceptación, para su evaluación en servicio, para control de calidad y para investigaciones. Cada método prescribe el solvente o los solventes y cualquier otro reactivo que se pueda utilizar. Si se desea recuperar el asfalto para ensayos posteriores mediante el método Abson (norma ASTM D 1856), se deberá emplear el Método de ensayo A.

4 EQUIPO

- 4.1 *Horno* – Que pueda mantener la temperatura a $110 \pm 5^\circ C$ ($230 \pm 9^\circ F$).
- 4.2 *Recipiente plano* – Para calentar los especímenes. Sus dimensiones mínimas deberán ser: 300 mm (12") de longitud, 200 mm (8") de ancho y 25 mm (1") de profundidad.
- 4.3 *Balanza* – De capacidad suficiente y con precisión mínima de 0.1 % de la masa de la muestra.
- 4.4 *Placa de calentamiento* – Eléctrica, de 700 W mínimo, con velocidad de calentamiento ajustable.
- 4.5 *Cilindros graduados de boca angosta* – De 1000 o 2000 ml de capacidad. Opcionalmente, un cilindro de 100 ml de capacidad.
- 4.6 *Cápsula de porcelana* – De 125 ml de capacidad.
- 4.7 *Deseccador.*
- 4.8 *Balanza analítica.*

5 REACTIVOS

- 5.1 Se deberán utilizar productos químicos de grado reactivo en todos los ensayos. Se podrán usar otros grados, solamente si se demuestra que el reactivo tiene la pureza suficiente para permitir su uso sin que se pierda exactitud en las determinaciones del contenido de asfalto.
- 5.2 *Solución saturada de carbonato de amonio* $[(NH_4)_2CO_3]$.
- 5.3 *Cloruro de Metileno* – De grado técnico (Ver la Sección 6 para precauciones).
- 5.4 *Bromuro de n-propilo* – Conforme con la especificación ASTM D6368 (Ver la Sección 6 para precauciones).
- 5.5 *Tricloroetileno* – De grado técnico tipo 1, conforme con la especificación federal norteamericana O-T-634 (Ver la Sección 6 para precauciones).

6 PRECAUCIONES

- 6.1** Los solventes indicados en la Sección 5 se deberán emplear tan sólo bajo una campana con un sistema de desfogue superficial efectivo en un área bien ventilada, ya que todos son tóxicos en algún grado. El tricloroetileno, el bromuro de n-propilo y el cloruro de metileno pueden formar ácidos en presencia de calor y humedad, los cuales son extremadamente corrosivos para ciertos metales, particularmente cuando se mantienen en contacto durante períodos prolongados. Se deberá evitar que estos solventes permanezcan en pequeñas cantidades en los tanques afluentes de los extractores de aluminio al vacío.

7 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- 7.1** Se obtienen las muestras de acuerdo con la norma INV E-731.
- 7.2** Preparación de especímenes de ensayo:
- 7.2.1** Si la mezcla no es suficientemente blanda para separarla con una espátula o palustre, se la coloca en una bandeja grande y plana y se calienta en el horno a $110 \pm 5^\circ C$ ($230 \pm 9^\circ F$) hasta que se pueda manejar o disgregar. El material se parte o cuartea (norma INV E-776) hasta que se obtenga la masa de material requerida para el ensayo.
- 7.2.2** La cantidad de la muestra para el ensayo se determinará según el tamaño máximo nominal del agregado en la mezcla, de acuerdo con la Tabla 732 - 1 (nota 2).

Nota 2: Cuando la masa del espécimen de ensayo excede la capacidad del equipo empleado (para un método particular), se puede dividir y ensayar en porciones apropiadas, combinando luego adecuadamente los resultados para el cálculo del contenido de asfalto.

Tabla 732 - 1. Tamaño de la muestra

TAMAÑO NOMINAL MÁXIMO DEL AGREGADO		MASA MÍNIMA DE LA MUESTRA kg
mm	pg.	
4.75	No.4	0.5
9.5	3/8"	1.0
12.5	½"	1.5
19.0	¾"	2.0
25.0	1"	3.0
37.5	1-½"	4.0

- 7.2.3** A menos que la muestra se encuentre libre de agua, se necesita una muestra adicional para la determinación de la humedad en las mezclas (Sección 8). Esta muestra se toma de la mezcla remanente, inmediatamente después de obtener el espécimen para el ensayo de extracción.

Nota 3: Si no se requiere recuperar el asfalto de la solución obtenida del ensayo de extracción, la totalidad de la muestra se puede secar en un horno a $110 \pm 5^\circ C$ ($230 \pm 9^\circ F$) antes de la extracción, en lugar de determinar su humedad.

8 HUMEDAD

- 8.1** Cuando se requiera, la humedad de la mezcla se debe determinar de acuerdo con el procedimiento descrito en la norma INV E-755.
- 8.2** La masa de agua (W_2) en la porción del ensayo de extracción, se calcula multiplicando el porcentaje de la masa del agua (numeral 8.1), por la masa de la porción del ensayo de extracción (W_1 de la Sección 11).

MÉTODO DE ENSAYO A

9 EQUIPO

- 9.1** Además los aparatos enumerados en la Sección 4, para el Método A se requieren los siguientes:
- 9.1.1** *Aparato de extracción* – Consiste en una taza como la mostrada en la Figura 732 - 1 y un aparato en el cual se pueda rotar la taza a una velocidad variable y controlada hasta de 3600 rpm. La velocidad se puede controlar manualmente o con un dispositivo adaptado al equipo. El aparato debe estar provisto de un recipiente para recoger el solvente que escapa de la taza y un desagüe para remover dicho solvente. Es deseable que el aparato disponga de accesorios protectores contra explosiones y que esté instalado bajo una campana o con un sistema de desfogue superficial efectivo para asegurar la ventilación.

Nota 4: Se pueden emplear dispositivos similares de mayor tamaño.



Figura 732 - 1. Aparato de extracción (método A)

9.1.2 Anillos filtrantes – De fieltro o de papel, para colocar sobre el borde de la taza.

9.1.2.1 Se pueden emplear anillos filtrantes de papel de poca ceniza, en lugar de anillos filtrantes de fieltro. Dichos anillos de papel de poca ceniza se deberán conformar a partir de papel de poca ceniza, de 1.27 ± 0.03 mm ($0.05 \pm 0.005"$) de espesor. El contenido de ceniza del papel no deberá exceder de 0.2 % (aproximadamente 0.034 g/anillo).

10 PROCEDIMIENTO

10.1 Se determina la humedad del material de acuerdo con la Sección 8.

10.2 Se coloca en la taza una porción de ensayo de 650 a 2500 g (Figura 732 - 2). En el Anexo A se presentan procedimientos alternativos a los descritos aquí y en el numeral 10.5.



Figura 732 - 2. Muestra dentro de la taza

- 10.3** Se cubre la porción de ensayo con tricloroetileno, cloruro de metileno o bromuro n-propilo y se deja el tiempo suficiente para que el disolvente desintegre la porción de ensayo (no más de 1 hora). Se coloca la taza con la porción de ensayo y el solvente en el aparato de extracción. Se seca un anillo filtrante a $110 \pm 5^\circ \text{ C}$ ($230 \pm 9^\circ \text{ F}$), se determina su masa y se ajusta alrededor del borde de la taza. Se sujetta la tapa a la taza con las abrazaderas y se ubica un recipiente apropiado bajo el desagüe, para recoger el extracto.
- 10.4** Se inicia la centrifugación girando lentamente y aumentando de manera gradual la velocidad hasta un máximo de 3600 rpm o hasta que deje de fluir el solvente por el desagüe. Se detiene la máquina, se agregan 200 ml del solvente empleado y se repite el procedimiento. Se deben emplear suficientes adiciones de 200 ml solvente (no menos de tres), hasta que el extracto no sea más oscuro que un color ligero de paja. Se recogen el extracto y el material mineral obtenido tras el lavado.
- 10.5** Se retira de la taza el anillo de filtro y se seca al aire. Si se ha usado un anillo de fieltro, se cepilla el material mineral adherido a él y se añade al agregado extraído. Se seca el anillo hasta masa constante en un horno a $110 \pm 5^\circ \text{ C}$ ($230 \pm 9^\circ \text{ F}$). Se transfiere cuidadosamente todo el agregado de la taza de la centrífuga a una bandeja metálica, se seca inicialmente en un baño de vapor y después hasta masa constante en un horno o una placa de calentamiento a $110 \pm 5^\circ \text{ C}$ ($230 \pm 9^\circ \text{ F}$). El secado en el baño de vapor se puede omitir si el solvente usado fue tricloroetileno o bromuro n-propilo. La masa del agregado extraído (W_3) es igual a la masa del agregado en la bandeja más el aumento de masa del anillo filtrante.

10.5.1 El siguiente procedimiento alterno se debe aplicar cuando se usen anillos filtrantes de poca ceniza: Se colocan el agregado y los anillos de filtro en un recipiente metálico limpio y se secan como se especifica arriba. Se dobla cuidadosamente el anillo filtrante seco y se deja sobre el agregado. Se quema el anillo de filtro mediante ignición con un fósforo o un mechero Bunsen. Se determina la masa del agregado extraído en el recipiente (W_3).

Nota 5: Puesto que los agregados secos absorben agua cuando están en una atmósfera húmeda, la masa del agregado extraído se debe determinar inmediatamente éste se enfrie a una temperatura adecuada.

10.6 Se determina la cantidad de material mineral en el extracto, empleando alguno de los siguientes métodos:

10.6.1 *Método de la ceniza:*

10.6.1.1 Se determina el volumen del extracto total (numeral 10.4). Se determina la masa de una cápsula de porcelana con aproximación a 0.001g. Se agita completamente el extracto e inmediatamente se vierten unos 100 ml de él dentro de la cápsula. Se evapora hasta secar en un baño de vapor o una placa de calentamiento. Se convierte en ceniza el residuo a un calor al rojo oscuro (500 a 600° C) y luego se deja enfriar. Se agregan 5 ml de solución de carbonato de amonio saturado por gramo de ceniza. Se permite la digestión a temperatura ambiente por 1 hora. Se seca en un horno a 110 ± 5° C (230 ± 9° F) hasta masa constante, se enfriá en un desecador y se determina la masa con aproximación de 0.001 g.

10.6.1.2 Se calcula la masa del material mineral en el volumen total del extracto, (W_4) así:

$$W_4 = G \left[\frac{V_1}{(V_1 - V_2)} \right] \quad [732.1]$$

- Donde: G: Ceniza en alícuota, g;
- V₁: Volumen total, ml;
- V₂: Volumen luego de remover la alícuota, ml.

10.6.2 *Método de centrifugación:*

10.6.2.1 Para este método se emplea cualquier centrifugadora adecuada de alta velocidad (de 3000 rpm o mayor) del tipo de flujo continuo.

10.6.2.2 Se determina la masa de una taza de centrifugadora limpia y vacía con aproximación a 0.01 g y se coloca en la máquina. Se coloca un recipiente en el desagüe para recoger el efluente de la operación de centrifugado. Se transfiere todo el extracto (de los Métodos A, B, D ó E, el que sea apropiado) a un recipiente debidamente equipado con un control de alimentación (válvula, abrazadera, etc.). Para garantizar la transferencia cuantitativa del extracto al recipiente alimentador, el recipiente que contiene el extracto se deberá lavar varias veces con pequeñas cantidades de un solvente limpio y agregar las lavaduras al recipiente alimentador. Se da inicio al centrifugado y se deja que alcance una velocidad constante (por ejemplo 9000 revoluciones por minuto para las del tipo SMM y más de 20 000 revoluciones por minuto para las del tipo Sharples). Se abre la línea de alimentación y se alimenta el extracto dentro de la centrifugadora a una rata de 100 a 150 ml/min. Después de que haya pasado todo el extracto a través de la centrifugadora, se lava el mecanismo de alimentación (con la centrifugadora todavía funcionando) con varias adiciones de solvente limpio, permitiendo que cada incremento corra a través de la centrifugadora hasta que el efluente sea esencialmente incoloro.

10.6.2.3 Se permite que la centrifugadora se detenga, se remueve la taza y se limpia su parte exterior con solvente nuevo. Se deja evaporar el solvente residual en un embudo o en una campana para vapor y luego se seca el recipiente en un horno controlado a $110 \pm 5^\circ\text{ C}$ ($230 \pm 9^\circ\text{ F}$). Se deja enfriar el recipiente y se vuelve a determinar la masa inmediatamente. El incremento en masa es la masa de material mineral (W_4) en el extracto (numeral 11.1).

10.6.3 *Método volumétrico:*

10.6.3.1 Se coloca el extracto en un frasco previamente tarado y calibrado, el cual se deja en un baño de temperatura

controlada dentro de una variación de $\pm 0.1^\circ \text{C}$ ($\pm 0.2^\circ \text{F}$) y se permite que alcance la temperatura a la cual fue calibrado el frasco. Cuando se haya alcanzado la temperatura deseada, se llena el frasco con el solvente, el cual se ha mantenido a la misma temperatura. Se lleva el nivel del líquido en el frasco hasta el cuello; se inserta el tapón, verificando que el líquido rebose el capilar, y se remueve el frasco del baño. Se limpia el frasco seco, se determina la masa con aproximación a 0.1 g y se registra esta masa como la masa del frasco más el extracto. Ver el Anexo B para un método volumétrico alternativo si no se usa un baño de temperatura controlada como se prescribe en este numeral.

10.6.3.2 Se calcula el volumen del asfalto y de los finos en el extracto en la siguiente forma:

$$V_1 = V_2 - \frac{(M_1 - M_2)}{G_1} \quad [732.2]$$

Donde: V_1 : Volumen de asfalto y de los finos en el extracto;
 V_2 : Volumen del frasco;
 M_1 : Masa de los contenidos del frasco;
 M_2 : Masa del asfalto y finos en el extracto (es la masa de la muestra total, menos la masa del agregado extraído);
 G_1 : Gravedad específica del solvente, determinada redondeada a 0.001 (norma ASTM D 2111).

10.6.3.3 Se calcula la masa de los finos en el extracto, con la ecuación:

$$M_3 = K (M_2 - G_3 V_1) \quad [732.3]$$

Donde: M_3 : Masa de los finos en el extracto;
 M_2 : Masa del asfalto y de los finos en el extracto (numeral 10.6.3.2);

$$K = G_2 / (G_2 - G_3)$$

[732.4]

V_1 : Volumen del asfalto y de los finos en el extracto (numeral 10.6.3.2);

G_2 : Gravedad específica de los finos (norma INV E-128);

G_3 : Gravedad específica del asfalto (norma INV E-707).

11 CÁLCULO DEL CONTENIDO DE ASFALTO

11.1 El porcentaje de asfalto en relación con la masa total de la porción de ensayo se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Contenido de asfalto (\%)} = \left[\frac{(W_1 - W_2) - (W_3 + W_4)}{(W_1 - W_2)} \right] \times 100 \quad [732.5]$$

Donde: W_1 : Masa de la porción de ensayo;

W_2 : Masa del agua en la porción de ensayo;

W_3 : Masa del agregado mineral extraído;

W_4 : Masa del material mineral en el extracto.

Nota 6: Cuando no se usen anillos filtrantes sin ceniza, se debe agregar a W_4 el aumento en masa del anillo de fieltro.

MÉTODO DE ENSAYO B

12 EQUIPO

12.1 Además de los aparatos listados en la Sección 4, para el Método B se necesitan los siguientes:

12.1.1 Aparato de extracción – Similar al que se muestra en la Figura 732 - 3, con los elementos que se describen a continuación.

12.1.1.1 Recipiente cilíndrico de vidrio – Liso, hecho de vidrio resistente al calor. Deberá estar libre de grietas, rayones u otra evidencia de imperfecciones, que puedan causar su rotura durante el calentamiento.

12.1.1.2 Marcos cilíndricos de metal – Uno o dos; el marco inferior deberá tener patas de suficiente longitud para soportar el conjunto, incluyendo el vértice del cono metálico y el revestimiento cónico de papel por encima del nivel del solvente. Cuando se emplean dos marcos, el superior deberá tener patas de suficiente longitud para sostener el cono metálico y el revestimiento de papel, en o por encima del borde superior del marco inferior. Las patas del marco superior deberán ajustar firmemente en el borde superior del marco inferior. Se deberá proveer un asidero semicircular en el interior del borde superior de cada marco, para un manipuleo conveniente. El metal empleado en la fabricación de los marcos deberá ser esencialmente no reactivo con los solventes empleados en el ensayo.



Figura 732 - 3. Aparato de extracción (método B)

12.1.1.3 Condensador – Fabricado con una superficie de condensación con forma de semiesfera truncada y una parte superior en forma de tronco de cono. Se pueden usar otras formas geométricas adecuadas, con tal de que cumplan con las funciones propuestas para la condensación y el flujo. El material empleado para fabricar el condensador deberá ser

esencialmente no reactivo con el agua y el solvente utilizado, y deberá disponer de una entrada y de un desagüe adecuados para el agua.

12.1.1.4 Papel de filtro – De grado mediano y de filtrado rápido; el diámetro del papel deberá ser tal, que cuando se doble de acuerdo con las instrucciones dadas más adelante, revista completamente los conos de metal en los marcos.

12.1.1.5 Almohadilla protectora – De aproximadamente 3 milímetros de espesor, para emplear como aislamiento entre el recipiente cilíndrico de vidrio y la placa de calentamiento.

12.1.1.6 Placa eléctrica de calentamiento – Controlada termostáticamente, de dimensiones y capacidad calorífica suficientes para permitir el reflujo del solvente como se describe en el numeral 14.2.5.

13 PREPARACIÓN DE LA PORCIÓN DE ENSAYO

13.1 Se prepara una porción de ensayo para la determinación de humedad y para la extracción, de acuerdo con el procedimiento descrito en la Sección 7.

14 PROCEDIMIENTO

14.1 Humedad – La humedad de la mezcla se determina de acuerdo con el método descrito en la Sección 8.

14.2 Extracción:

14.2.1 Se seca a $110 \pm 5^\circ \text{C}$ ($230 \pm 9^\circ \text{F}$) y se determina la masa de una hoja de papel de filtro para cada marco que se vaya a emplear. Se dobla cada papel por su diámetro, sobre los extremos y se extiende abierto para que forme un tamaño apropiado que encaje dentro de los conos metálicos.

14.2.2 Se determina la masa de cada marco con su filtro de revestimiento, con aproximación de 0.5 g. Se registra la masa, identificando cada marco mediante un número.

14.2.3 Se coloca la porción de ensayo en el marco o los marcos. Si se van a usar los dos marcos, se distribuye la porción de ensayo

aproximadamente por igual entre los dos. La parte superior de la porción de ensayo debe estar por debajo del borde superior del revestimiento de papel. Se determina la masa de cada marco cargado, separadamente, y con aproximación de 0.5 g. Se anotan dichas masas.

- 14.2.4** Se debe emplear uno de los tres solventes especificados. Se vierte el solvente dentro del cilindro de vidrio y se coloca el marco inferior dentro del cilindro. El nivel del solvente debe estar por debajo del vértice del cono en el marco inferior. Si se emplean dos marcos, se coloca el superior sobre el inferior, ajustando sus patas dentro de los huecos en el borde superior del marco inferior.

Nota 7: Se puede verter suficiente alcohol etílico desnaturalizado sobre la porción o porciones de ensayo para humedecer el filtro de papel.

- 14.2.5** Se coloca la almohadilla térmica aislante sobre la placa de calentamiento, y luego el cilindro sobre la almohadilla. Se cubre el condensador. Se hace circular una corriente suave y uniforme de agua fría a través del condensador. Se ajusta la temperatura de la placa de calentamiento de manera que el solvente hierva poco a poco y fluya dentro del cono una corriente constante de solvente condensado. Si es necesario, se ajusta la temperatura de la placa de calentamiento para mantener la corriente del solvente a la velocidad necesaria para mantener las porciones de ensayo en el cono o en los conos completamente cubiertas con el solvente condensado. Se debe tener cuidado de no permitir que el solvente condensado rebose el (los) cono(s) filtrante(s). Se continúa el reflujo hasta que el flujo de solvente del cono inferior sea de color ligeramente pajizo (cuando se mire contra un fondo blanco). En ese momento, se desconecta la placa de calentamiento y se deja enfriar el aparato manteniendo agua en circulación dentro del condensador. Cuando haya cesado la ebullición y el cilindro haya enfriado lo suficiente para poderlo coger con la mano, se cierra el condensador y se remueve del cilindro.

- 14.2.6** Se remueve del cilindro el conjunto del marco. Se deja secar en el aire (cubierto) y luego hasta masa constante en el horno a $110 \pm 5^\circ\text{ C}$ ($230 \pm 9^\circ\text{ F}$) (nota 7).

- 14.2.7** Se transfiere cuantitativamente el extracto al cilindro graduado (numeral 4.5) y se determina el material mineral en el extracto, de acuerdo con lo indicado en el numeral 10.6.1. Alternativamente se puede determinar según se indica en los numerales 10.6.2 o 10.6.3, caso en el cual no es necesario transferir el extracto al cilindro graduado.

15 CÁLCULO DEL CONTENIDO DE ASFALTO

15.1 El porcentaje de asfalto en la porción de mezcla ensayada, se determina de acuerdo en el procedimiento descrito en la Sección 11.

MÉTODO DE ENSAYO C

16 EQUIPO

16.1 Además de los aparatos mencionados en la Sección 4, para el Método C se necesitan los siguientes:

16.1.1 *Aparato de extracción* – Compuesto por un recipiente, una tapa de condensación y un soporte. Las Figuras 732 - 4 y 732 - 5 muestran unos tipos apropiados de extractores para este método; sin embargo, es posible usar otros modelos con eficiencia. Se ha encontrado que una olla de cocina de aluminio, de 25 litros, es apropiada para el ensayo. Independientemente de la forma, lo relevante del aparato es que tenga el tamaño suficiente para acomodar la muestra de ensayo, que su tapa ajuste bien y que incluya aletas de enfriamiento dispuestas de manera que proporcionen un reflujo eficiente.

16.1.2 *Canasta* – Para la porción de ensayo, como la mostrada en la Figura 732 - 4 u otra diseñada para usar con un extractor que tenga otra forma.

16.1.3 *Tela filtrante* – De malla 185 aproximadamente, colocada sobre otra malla de 4.75 mm (No. 4), moldeadas para cubrir totalmente la parte interior de la canasta, de manera de asegurar la retención de todas las partículas de agregado de tamaño superior a la malla 185, durante el proceso de extracción.

17 PREPARACIÓN DE LA PORCIÓN DE ENSAYO

17.1 Se prepara una porción de ensayo para la determinación de humedad y para la extracción, de acuerdo con el procedimiento descrito en la Sección 7.

18 PROCEDIMIENTO

18.1 Humedad – La humedad de la mezcla se determina de acuerdo con el método descrito en la Sección 8.

18.2 Extracción:

18.2.1 Se determina la masa de la muestra (3500 a 10 000 g) en el conjunto de la canasta tarada, con aproximación a 1 g y se coloca en el extractor. Se vierten sobre la porción de ensayo entre 1150 y 1250 ml de cualquiera de los tres solventes mencionados en la Sección 5. Se ajusta la tapa en su lugar y se permite que circule agua libremente por encima. Se aplica calor con una placa eléctrica o un mechero de gas.

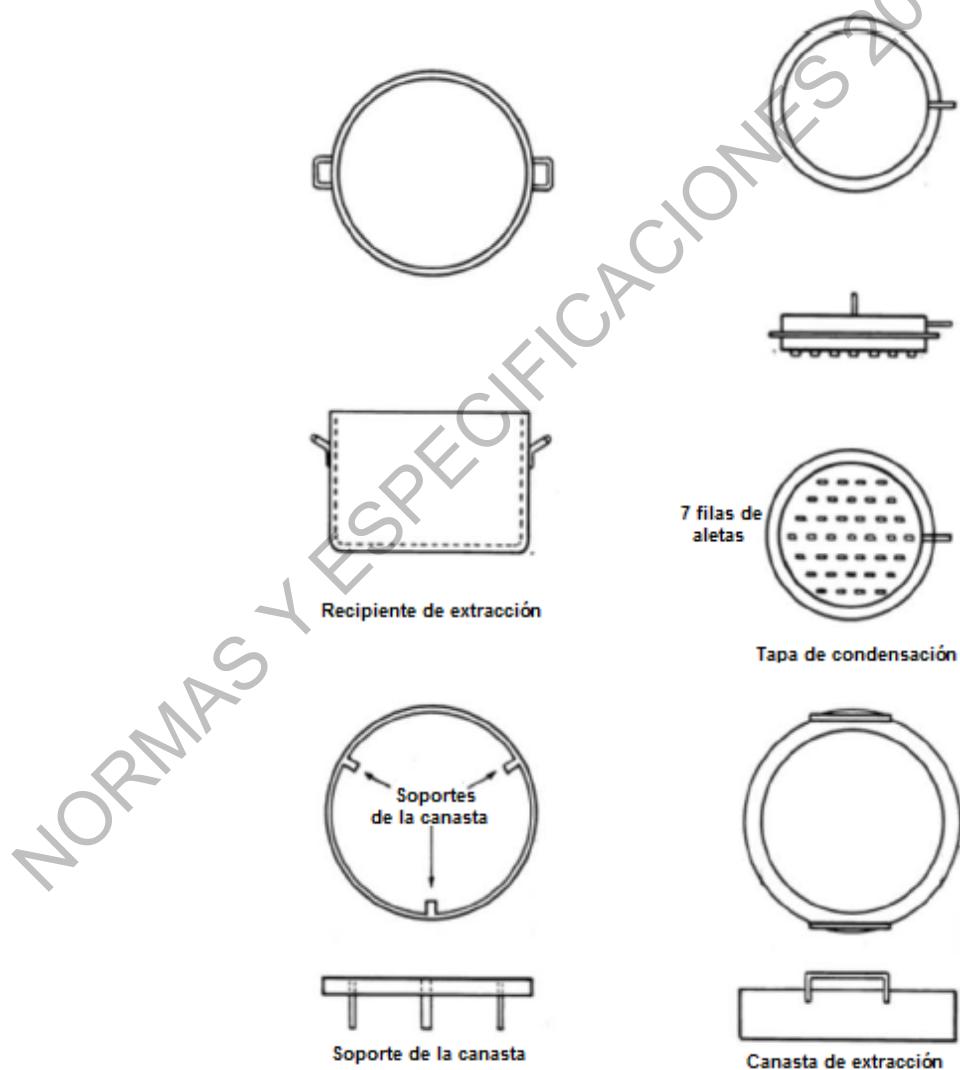


Figura 732 - 4. Aparato de extracción (Método C)

- 18.2.2** Se somete la muestra a reflujo por un período de 1.5 a 3 h, hasta extraer todo el asfalto del agregado. Al cabo de 1.5 h se apaga el extractor y se inspecciona la muestra. Se mezcla la porción de ensayo con un palustre y se continúa la extracción hasta completarla.
- 18.2.3** Se remueve la canasta con la porción de ensayo, se seca en el aire y luego en el horno hasta masa constante a $110 \pm 5^\circ\text{C}$ ($230 \pm 9^\circ\text{F}$).
- 18.2.4** Se drena el extracto y se lava hasta su limpieza total con solvente fresco. Se combinan el extracto y los lavados en un cilindro graduado.
- 18.2.5** Se determina la masa del material mineral en el extracto, de acuerdo con el procedimiento descrito en los numerales 10.6.1, 10.6.2 y 10.6.3.

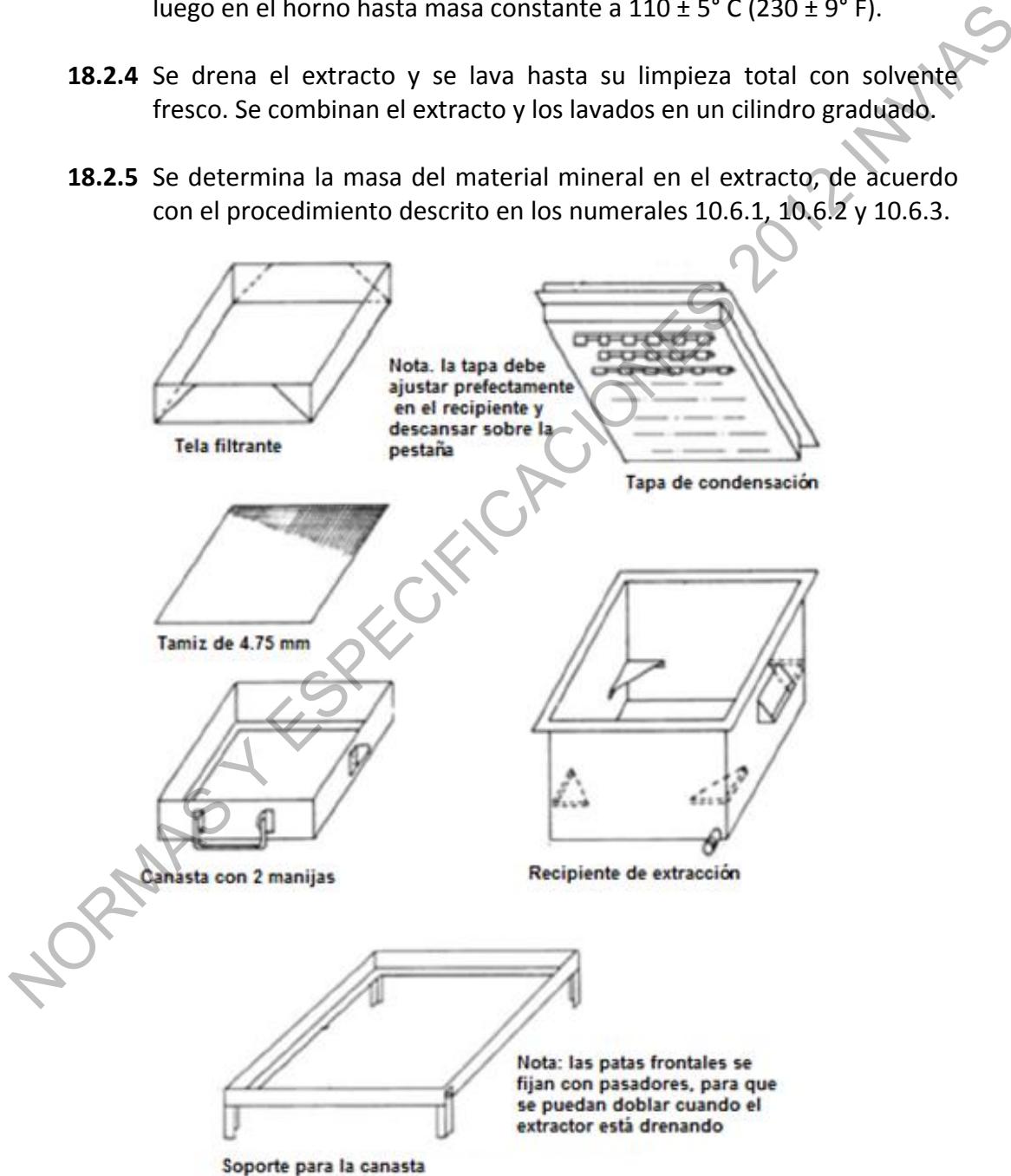


Figura 732 - 5. Unidad de extracción (Método C)

19 CÁLCULO DEL CONTENIDO DE ASFALTO

19.1 El porcentaje de asfalto en la porción de mezcla ensayada, se determina de acuerdo en el procedimiento descrito en la Sección 11.

MÉTODO DE ENSAYO D

20 EQUIPO

20.1 En adición a los incluidos en la lista de la Sección 4, se requieren los siguientes elementos para el método de ensayo D:

20.1.1 *Aparato de extracción* – Como el mostrado en la Figura 732 - 6, el cual consiste de un recipiente para extracción, metálico o de vidrio de borosilicato, ajustado con una canasta metálica y una tapa de condensación. La parte inferior del condensador tiene numerosas protuberancias redondeadas para distribuir uniformemente el solvente condensado sobre la superficie de la muestra. La suspensión de la canasta está dispuesta de manera que ésta quede 13 mm ($\frac{1}{2}$ ") sobre el fondo del recipiente de extracción, para la inmersión de la porción de ensayo en el solvente y, al menos, 75 mm (3") por encima del fondo para el reflujo (nota 4).

20.1.2 *Bolsas filtrantes de tela* – Con un dobladillo elástico para revestir la canasta.

21 PREPARACIÓN DE LA PORCIÓN DE ENSAYO

21.1 Las porciones de mezcla para la determinación de la humedad y para la extracción se deben preparar como se describe en la Sección 7.

22 PROCEDIMIENTO

22.1 *Humedad* – Se determina de acuerdo con el procedimiento indicado en la Sección 8.

22.2 *Extracción:*

22.2.1 Se inserta una bolsa filtrante en la canasta metálica de extracción y se determina la masa sobre un recipiente tarado, para determinar la masa total de la tara. A continuación, se coloca la porción de mezcla por ensayar dentro de la bolsa (nota 2) y se determina la masa total. Por diferencia, se determina la masa de la porción de ensayo.

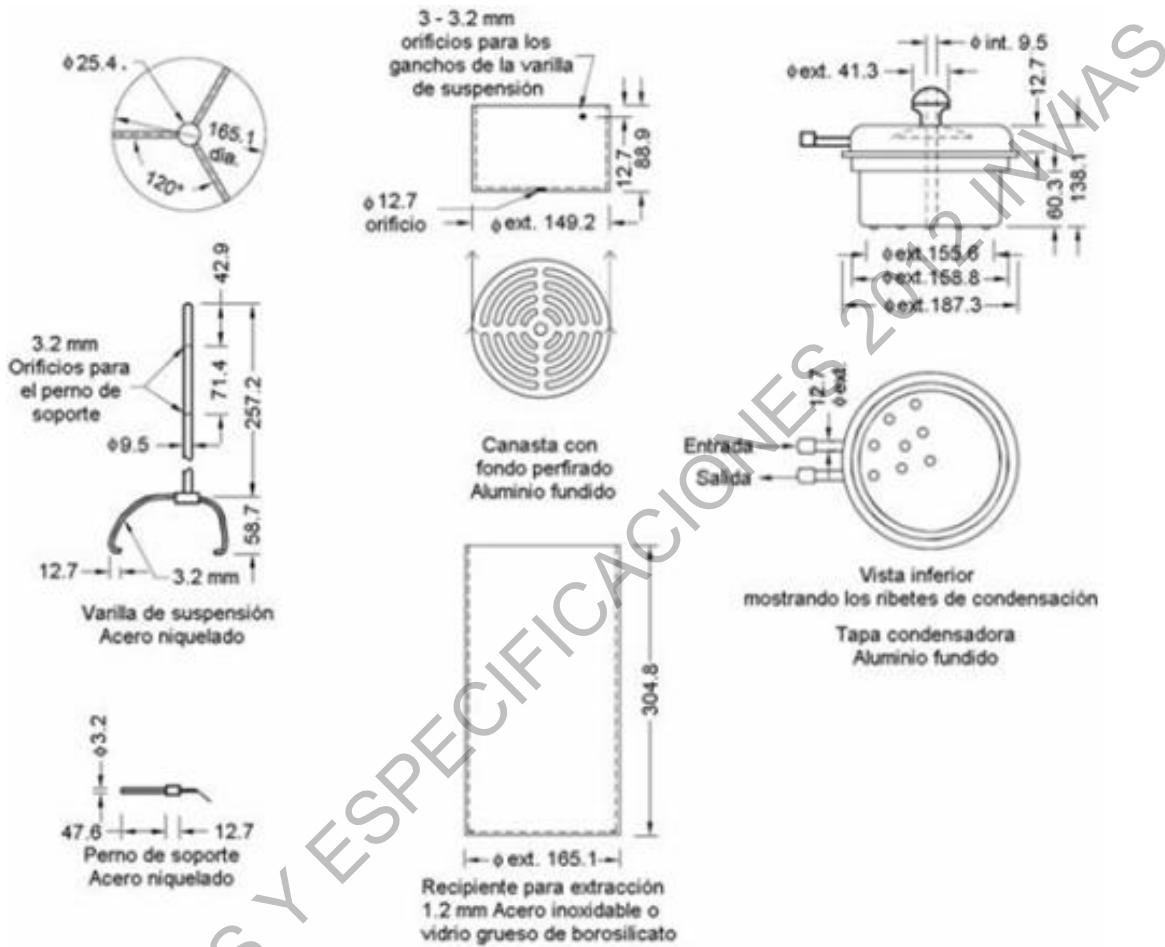


Figura 732 - 6.Unidad de extracción (Método D)

22.2.2 Se engancha la varilla de suspensión a la canasta cargada y se coloca el conjunto dentro del recipiente de extracción. Se vierten unos 600 ml de solvente sobre la porción de mezcla para ensayo y se ajusta la tapa de condensación sobre el recipiente. Se suministra un flujo continuo de agua fría a través de la tapa del condensador. Se eleva la canasta al nivel de inmersión, por ejemplo, 13 mm ($\frac{1}{2}$ ") sobre el fondo del recipiente, insertando el perno de soporte a través del orificio superior de la varilla de suspensión. Se coloca el aparato de extracción sobre la placa de calentamiento y se ajusta la velocidad de aplicación de calor de manera que el solvente hierva poco a poco y evitando que lo haga

de manera vigorosa, ya que podrían salir finos despedidos sobre los lados de la canasta.

- 22.2.3** Se continúa el calentamiento con la porción de ensayo en posición de inmersión durante un período de 15 a 30 minutos y luego se eleva la canasta hasta el nivel de reflujo. Se aumenta la intensidad del calentamiento y se mantiene una ebullición activa hasta que el goteo del solvente desde la canasta tenga un ligero color pajizo al observarlo contra un fondo blanco. Si se está empleando un recipiente extractor de acero inoxidable, se debe sacar la canasta con la tapa de condensación, para poder examinar el solvente.
- 22.2.4** Se retira el aparato de extracción de la placa de calentamiento y se le permite enfriar libremente durante varios minutos. Enseguida se sacan de él la canasta y el conjunto de condensación. Se tapa el recipiente extractor, se remueve la bolsa filtrante y se distribuye su contenido sobre el mismo recipiente tarado en el que se determinó la masa de la porción de ensayo al inicio de la prueba. Se coloca la bolsa filtrante encima del agregado recuperado. Se seca el conjunto, primero en un baño de vapor y luego en un horno a $110 \pm 5^\circ\text{ C}$ ($230 \pm 9^\circ\text{ F}$), hasta masa constante. La solución con el extracto se transfiere a un cilindro graduado de 1000 ml. Se limpia el extractor con solventes, añadiendo los lavados a la solución del extracto.
- 22.2.5** Por último, se determina el material mineral en el extracto, de acuerdo con alguno de los procedimientos descritos en el numeral 10.6.

23 CÁLCULO DEL CONTENIDO DE ASFALTO EN LA MEZCLA

- 23.1** El porcentaje de asfalto en la porción de mezcla ensayada se debe determinar aplicando el procedimiento descrito en la Sección 11.

MÉTODO DE ENSAYO E

24 EQUIPO

- 24.1** En adición a los incluidos en la lista de la Sección 4, se requieren los siguientes elementos para el método de ensayo E:

- 24.1.1 Extractor de vacío** – Completo, con bomba de vacío, empaque, tubería de caucho, papel filtro, placa de soporte y anillo tubular, con un diseño similar al mostrado en la Figura 732 - 7.
- 24.1.2 Papel filtro** – De grado mediano y filtrado rápido, de 330 mm (13") de diámetro.
- 24.1.3 Recipiente metálico para la muestra** – Con una capacidad aproximada de 8 litros.
- 24.1.4 Dos frascos Erlenmeyer** – De vidrio y con capacidad de 4000 ml cada uno.
- 24.1.5 Probeta graduada** – De 500 ml de capacidad.
- 24.1.6 Botella para lavado** – Plástica, con capacidad de 500 ml.
- 24.1.7 Termómetro de carátula** – Con un rango de lectura entre 10 y 80° C (50 a 180° F).
- 24.1.8 Cuchara para mezclado** – De unos 300 mm (12") de largo.
- 24.1.9 Cepillo de cerdas rígidas** – De unos 25 mm (1") de ancho.
- 24.1.10 Espátula** – de 230 mm (9") de largo.

Nota 8: Los aparatos que se citan a continuación y el reactivo citado en el numeral 25.2 sólo se emplearán cuando la mezcla asfáltica sea muy difícil de filtrar, como en el método E-II.

24.1.11 Frasco Erlenmeyer – De vidrio y capacidad de 1000 ml.

24.1.12 Vidrio de reloj – De unos 100 mm (4") de diámetro.

24.1.13 Pinzas metálicas – De 150 a 200 mm (6 a 8") de largo.

25 REACTIVOS Y MATERIALES

25.1 Sílice diatomácea – Para filtrado, del tipo B de la especificación ASTM D 604.

25.2 Alcohol etílico desnaturalizado.

25.3 Cloruro de metileno.



Figura 732 - 7. Aparato de extracción por vacío (método E)

26 PREPARACIÓN DE LAS PORCIONES DE ENSAYO

26.1 Las porciones de mezcla para determinar la humedad y realizar la extracción se preparan de acuerdo con el procedimiento descrito en la Sección 7.

27 PROCEDIMIENTO

27.1 *Humedad* – Se determina el contenido de humedad de la mezcla asfáltica en caliente, de acuerdo al procedimiento descrito en la Sección 8.

27.2 *Extracción:*

27.2.1 Se coloca la porción destinada a la prueba de extracción en un vaso de precipitados metálico tarado, y se determina la masa.

27.2.2 Si la porción de ensayo se encuentra a más de 54° C (130° F), se permite que se enfríe por debajo de esta temperatura. Cuando se encuentre suficientemente fresca, se vierten 200 ml de alcohol desnaturalizado sobre ella. Se añaden unos 700 ml de cloruro de metileno y se agita hasta que se aprecie que el ligante asfáltico está en solución (nota 9).

Nota 9: Si se dispone de un tanque de limpieza por ultrasonido, éste puede reemplazar el vaso de precipitados para llevar el ligante asfáltico a solución.

ENSAYO POR EL MÉTODO E-I

- 27.2.3** Se coloca un papel filtro tarado sobre el extractor, teniendo el cuidado de centrarlo y de apretar con firmeza las tuercas de mariposa.
- 27.2.4** Se inicia el vacío y se decanta lentamente la solución con el extracto desde el recipiente que contiene la muestra hacia el filtro, teniendo cuidado de no transferir parte del agregado. Se detiene el vacío cuando se ha removido todo el solvente.
- 27.2.5** La muestra que permanece en el recipiente se cubre con más reactivo (700 ml) y se agita.
- 27.2.6** Se repiten los pasos 27.2.4 y 27.2.5, hasta que la solución adquiere un color pajizo ligero y el agregado se ve limpio. Luego de la última lavada se vierte suavemente la totalidad de la muestra en el extractor y se enjuagan todas las partículas de agregado. Se distribuye cuidadosamente el agregado sobre el filtro.
- 27.2.7** Se opera la bomba de vacío por unos pocos minutos luego del último lavado, para ayudar a secar la porción de ensayo. Se raspa el agregado del lado del anillo del embudo, dirigiéndolo hacia el centro del filtro para evitar pérdidas cuando se remueve el anillo. Se remueve el anillo y se cepilla el agregado pegado a él, dentro del recipiente de secado tarado. A continuación, se recoge el papel filtro con el agregado que contiene, doblando el papel desde extremos opuestos y levantándolo derecho hacia arriba. Se coloca la porción de ensayo en el recipiente tarado y se cepilla el filtro sobre el recipiente con el fin de remover las partículas adheridas a él.
- 27.2.8** Se secan el agregado extractado y el filtro hasta masa constante, en un horno a $110 \pm 5^\circ \text{C}$ ($230 \pm 9^\circ \text{F}$).
- 27.2.9** Se determinan las masas del filtro y del agregado en el recipiente y se anotan. Se restan las masas del filtro y del recipiente para obtener la masa del agregado extraído.
- 27.2.10** Se transfiere el extracto al cilindro graduado (numeral 4.5) y se determina el material mineral en la solución que contiene el extracto, siguiendo el procedimiento descrito en el numeral 10.6.1. Como alternativa, el material mineral en el extracto se puede determinar según se indica en los numerales 10.6.2 o 10.6.3, caso en el cual no es

necesario transferir el extracto al cilindro graduado. El extracto se transferirá directamente del extractor al recipiente de alimentación de la centrifugadora.

Nota 10: Los pasos 27.2.9 y 27.2.10 se pueden omitir cuando el método se usa solamente para controlar el contenido de ligante durante la elaboración de la mezcla en una planta asfáltica (control de planta).

ENSAYO POR EL MÉTODO E-II

27.2.11 Para hacerle extracción a una mezcla de pavimentación de baja filtración, se prepara la porción de ensayo como se indica en los numerales 27.2.1 y 27.2.2.

27.2.12 Se coloca un papel filtro seco y tarado en el extractor, teniendo cuidado de centrarlo y de apretar con firmeza las tuercas de mariposa.

27.2.13 Se colocan 50 gramos de sílice diatomácea para filtrado, secada al horno, dentro de un frasco Erlenmeyer de 1000 ml y se añaden 500 ml de cloruro de metileno. Se agita formando remolinos hasta que la sílice se encuentre completamente en suspensión.

27.2.14 Se vierte inmediatamente el conjunto sobre el filtro. Se inicia el vacío y se continúa hasta que el cojín formado por la sílice se encuentra superficialmente seco y se comience a agrietar ligeramente.

27.2.15 Se coloca el vidrio de reloj en el extractor y se decanta lentamente el solvente de la porción de ensayo sobre aquel. Se remueve con las pinzas y se lava con una botella de lavado. Se añade el resto de la muestra y se procede como en los pasos 27.2.4 a 27.2.9. Se restan de la masa total las masas del recipiente usado para el secado, del papel de filtro y de la sílice, para determinar la masa seca del agregado.

27.2.16 Se determina la cantidad de material mineral en el extracto, empleando el procedimiento descrito en el numeral 27.2.10.

28 CÁLCULO DEL CONTENIDO DE ASFALTO (APLICABLE A LOS MÉTODOS E-I Y E-II)

28.1 El porcentaje de asfalto en la porción de mezcla de ensayo se determina empleando el procedimiento descrito en la Sección 11.

29 PRECISIÓN Y SESGO

29.1 Mezclas con agregados cuya absorción es menor de 1.25 %:

CONDICIONES Y TIPO DE ENSAYO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR (1s)	RANGO ACEPTABLE ENTRE 2 RESULTADOS (d2s)
<i>Precisión de un solo operador</i> (nota11) Método A (centrífuga) Métodos B, C y D (reflujo) Método E (vacío)	0.21 0.19 0.21	0.59 0.54 0.59
<i>Precisión entre varios laboratorios</i> (nota11) Método A (centrífuga) Métodos B, C y D (reflujo) Método E (vacío)	0.22 0.23 0.22	0.62 0.65 0.59

29.2 Mezclas con agregados cuya absorción se encuentra entre 1.25 % y 2.5 %:

29.2.1 Las declaraciones sobre precisión y sesgo para agregados que presenten estas características se encuentran en desarrollo.

29.3 Mezclas con agregados cuya absorción es mayor de 2.5 %:

CONDICIONES Y TIPO DE ENSAYO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR (1s)	RANGO ACEPTABLE ENTRE 2 RESULTADOS (d2s)
<i>Precisión de un solo operador</i> (nota11) Método A (centrífuga) Métodos B, C y D (reflujo) Método E (vacío)	0.30 0.19 0.27	0.85 0.54 0.76
<i>Precisión entre varios laboratorios</i> (nota11) Método A (centrífuga) Métodos B, C y D (reflujo) Método E (vacío)	0.37 0.37 0.29	1.05 1.05 0.82

Nota 11: Las declaraciones sobre precisión se basan en ensayos por duplicado sobre una sola mezcla, realizados por 112, 42 y 30 laboratorios para el centrifugado, el reflujo y el vacío, respectivamente.

Nota 12: Una evaluación estadística indicó que no había diferencias de precisión al usar diferentes solventes. Por lo tanto, los resultados son válidos para ensayos realizados con benceno, tricloroetano, tricloroetileno y cloruro de metileno

- 29.4 Sesgo** – No hay declaración sobre sesgo, por cuanto no hay un material de referencia aceptable para determinarlo.

30 NORMAS DE REFERENCIA

ASTM D2172/D2172M – 11

ANEXO A (Aplicación obligatoria)

PROCEDIMIENTO ALTERNO AL ENSAYO POR EL MÉTODO A

- A.1** En el numeral 10.2, colocar una porción de ensayo de 650 a 2500 g en una taza secada previamente hasta masa constante con el anillo de filtro.
- A.2** En el numeral 10.5, en lugar de retirar el anillo de filtro de la taza y secarlo en el aire, se seca la taza con el anillo de filtro hasta masa constante bajo una lámpara infrarroja o en un horno a $110 \pm 5^\circ\text{C}$ ($230 \pm 9^\circ\text{F}$).

ANEXO B (Aplicación obligatoria)

PROCEDIMIENTO ALTERNO AL ENSAYO POR EL MÉTODO A (VOLUMÉTRICO)

- B.1** En lugar de usar un baño de temperatura controlada como se indica en el numeral 10.6.3.1, se mide la temperatura del extracto y se hacen las correcciones necesarias al volumen del frasco, así como a las densidades del asfalto y del solvente.