

DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES REOLÓGICAS DE LOS LIGANTES ASFÁLTICOS MEDIANTE EL REÓMETRO DE CORTE DINÁMICO

INV E – 750– 13

1 OBJETO

- 1.1** Este método de ensayo cubre la determinación del módulo de corte dinámico y del ángulo de fase de un ligante asfáltico cuando se ensaya en corte dinámico (oscilatorio), empleando una configuración de ensayo de platos paralelos. Es aplicable a ligantes asfálticos con valores de módulo de corte dinámico desde 100 Pa hasta 10 MPa. Este rango se obtiene típicamente entre 6 y 88° C a una frecuencia angular de 10rad/s. Este método de prueba está proyectado para determinar las propiedades viscoelásticas lineales de ligantes asfálticos de acuerdo con las exigencias de las especificaciones, y no como un procedimiento general para la caracterización completa de las propiedades viscoelásticas del ligante.
- 1.2** Esta norma es adecuada para ensayar tanto asfaltos originales como envejecidos mediante la norma INV E-720, ensayo de película delgada y rotatoria o mediante la norma INV E-751, de envejecimiento acelerado en cámara a presión (PAV).
- 1.3** Este método de ensayo está limitado a ligantes asfálticos que contengan material particulado de dimensiones menores a 250 µm.
- 1.4** Esta norma reemplaza la norma INV E-750-07.

2 DEFINICIONES

- 2.1** *Ligante asfáltico* – Cemento asfáltico producido a partir de residuos de petróleo, con o sin la adición de modificadores orgánicos no particulados.
- 2.2** *Términos específicos de esta norma:*
- 2.2.1** *Recalentamiento* – Calentamiento del ligante asfáltico hasta que esté suficientemente fluido para eliminar los efectos de endurecimiento estérico.

- 2.2.2** *Módulo de corte complejo, G^** – Relación que se calcula dividiendo el valor absoluto de la tensión de corte entre picos, τ , por el valor absoluto de la deformación de corte entre picos, γ .
- 2.2.3** *Calibración* – Proceso de verificar la exactitud y la precisión de un dispositivo, usando un estándar de trazabilidad NIST y realizando los ajustes necesarios al dispositivo para corregir su funcionamiento o su precisión y exactitud.
- 2.2.4** *Probeta de prueba testigo* – Un espécimen formado entre los platos de la prueba del reómetro de corte dinámico (DSR) del ligante asfáltico u otro polímero para medir la temperatura del asfalto sostenido entre los platos. La probeta de prueba testigo se usa solamente para determinar las correcciones por temperatura.
- 2.2.5** *Ciclo de carga* – Ciclo unitario de tiempo para el cual la muestra de ensayo está cargada a una frecuencia y un esfuerzo o nivel de deformación seleccionados.
- 2.2.6** *Angulo de fase, (δ)* – Ángulo en radianes entre una deformación aplicada sinusoidalmente y la resultante de tensión sinusoidal en un ensayo de deformación controlada, o entre la tensión aplicada y la deformación resultante en un ensayo de esfuerzo controlado.
- 2.2.7** *Módulo de pérdida de corte, (G'')* – Es el módulo de corte complejo multiplicado por el seno del ángulo de fase expresado en grados. Representa la componente del módulo complejo que mide la energía perdida (disipada durante un ciclo de carga).
- 2.2.8** *Módulo de almacenamiento de corte, (G')* – Es el módulo de corte complejo multiplicado por el coseno del ángulo de fase expresado en grados. Representa la componente en fase del módulo complejo que es una medida de la energía almacenada durante un ciclo de carga.
- 2.2.9** *Geometría de platos paralelos* – Se refiere a la configuración de ensayo, en la cual la muestra de ensayo se coloca entre dos platos paralelos relativamente rígidos, y sometida a corte oscilatorio.
- 2.2.10** *Corte oscilatorio* – Se refiere a un tipo de carga en la cual una tensión o una deformación de corte se aplica a una muestra de ensayo de una manera oscilatoria, de modo que la tensión o deformación de corte varíe en amplitud alrededor de cero de manera sinusoidal.

- 2.2.11** *Viscoelástico lineal* – Dentro del contexto de esta especificación, se refiere a una región de comportamiento en la cual el módulo de corte dinámico es independiente de la tensión o de la deformación de corte.
- 2.2.12** *Termómetro portátil* – Es un dispositivo electrónico que consiste en un detector de temperatura (sonda que contiene una termocupla u otro elemento de resistividad), que requiere circuitos electrónicos y un sistema de lectura.
- 2.2.13** *Termómetro de referencia* – Un termómetro de líquido en vidrio o electrónico con trazabilidad NIST, que se usa como estándar de laboratorio.
- 2.2.14** *Corrección de temperatura* – Diferencia entre la temperatura indicada por el DSR y la de la probeta de prueba, medida en el termómetro portátil insertado entre los platos de ensayo.
- 2.2.15** *Equilibrio térmico* – Se alcanza cuando la temperatura de la probeta montada entre los platos se vuelve constante con el tiempo.
- 2.2.16** *Verificación* – Proceso de chequeo de la exactitud de un dispositivo o de sus componentes, comparado con un estándar interno de laboratorio. Usualmente se realiza dentro del laboratorio en que se opera.
- 2.2.17** *Endurecimiento estérico* – Ver asociación molecular (numeral 2.2.18)
- 2.2.18** *Asociación molecular* – Proceso donde las asociaciones ocurren entre las moléculas de ligante asfáltico durante el almacenamiento a temperatura ambiente. A menudo llamadas endurecimiento estérico en la literatura técnica, las asociaciones moleculares pueden incrementar el módulo de corte dinámico de los ligantes asfálticos. La proporción de asociación molecular es específica de cada asfalto y puede ser significativa, incluso al cabo de unas pocas horas de almacenamiento.

3 RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1** El procedimiento se usa para medir el módulo de corte complejo (G^*) y el ángulo de fase (δ) de ligantes asfálticos, usando un reómetro de corte dinámico y una configuración de ensayo de platos paralelos.

- 3.2** El ensayo es aplicable a ligantes asfálticos cuyo módulo dinámico de corte esté comprendido entre 100 Pa y 10 MPa. Este es el rango típico que se obtiene entre 6 y 88° C a una frecuencia angular de 10 rad/s, dependiendo del grado, de la temperatura de ensayo y del acondicionamiento (envejecimiento) del ligante asfáltico.
- 3.3** Las probetas de prueba, de 1 mm de espesor por 25 mm de diámetro o de 2 mm de espesor por 8 mm de diámetro, se forman entre platos metálicos paralelos. Durante el ensayo, uno de los platos paralelos oscila con respecto al otro a frecuencias y amplitudes de deformación rotacional (deformación controlada) (o amplitudes de torque, (tensión controlada)) preseleccionadas (Figura 750 - 1). La amplitud requerida depende del valor del módulo de corte complejo del asfalto que se ensaya. Las amplitudes requeridas han sido seleccionadas para asegurar que las medidas se encuentren dentro de la región de comportamiento lineal.
- 3.4** La probeta de ensayo se mantiene a la temperatura de prueba dentro de $\pm 0.1^\circ \text{C}$, por calentamiento y enfriamiento de los platos superior e inferior o por su almacenamiento en un ambiente térmicamente controlado o en una cámara de ensayo.
- 3.5** Las frecuencias de carga oscilatoria que se usan en este ensayo pueden ir de 1 a 100 rad/s, usando una forma de onda sinusoidal. La especificación del ensayo está realizada para una frecuencia de ensayo de 10 rad/s. El módulo complejo (G^*) y el ángulo de fase (δ), se calculan automáticamente como parte de la operación del reómetro, mediante el software de computador suministrado por el fabricante del equipo.

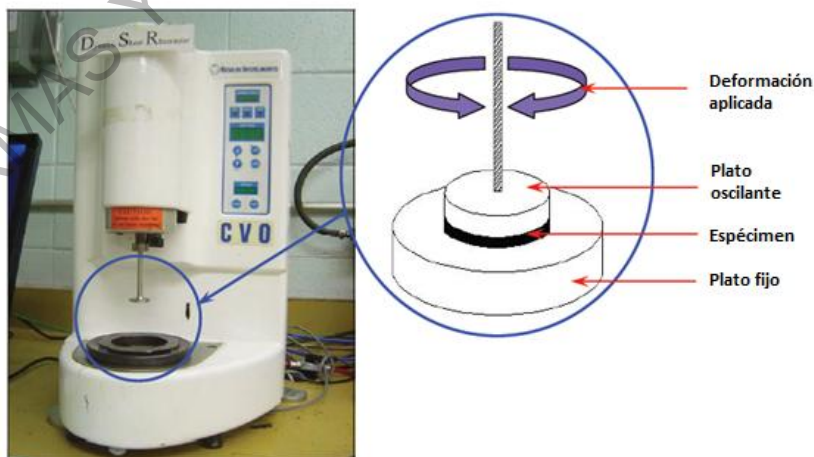


Figura 750 - 1. Reómetro de corte dinámico

4 IMPORTANCIA Y USO

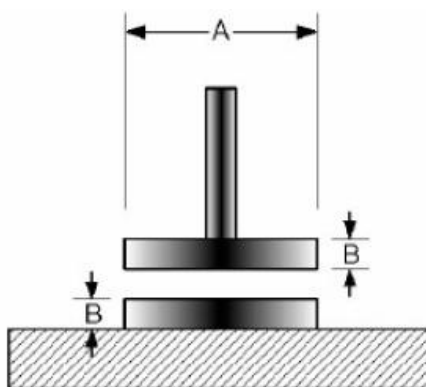
- 4.1** La temperatura de ensayo utilizada en este procedimiento está relacionada con la temperatura a que estará sometido el pavimento en el área geográfica donde se usará el ligante asfáltico.
- 4.2** El módulo de corte complejo es un indicador de la rigidez o resistencia del ligante asfáltico a la deformación bajo carga. El módulo de corte complejo y el ángulo de fase definen la resistencia a la deformación de corte de un ligante asfáltico en la región viscoelástica lineal.
- 4.3** El módulo complejo y el ángulo de fase se usan para determinar criterios relacionados con el desempeño, de acuerdo con las especificaciones Superpave.

5 EQUIPO

- 5.1** *Reómetro de corte dinámico* – El sistema de ensayo incluye los platos metálicos paralelos, una cámara ambiental, un dispositivo de carga y un sistema de control y registro de datos.

- 5.1.1** *Platos de ensayo* – Platos metálicos de acero inoxidable o aluminio con superficies pulidas suaves. Uno de 8.00 ± 0.02 mm de diámetro y otro de 25.00 ± 0.05 mm de diámetro (Figura 750 - 2). En algunos reómetros, el plato base es plano. Se requiere una porción en relieve de por lo menos 1.50 mm de altura, del mismo diámetro del plato superior. La porción en relieve hace más fácil conformar la probeta y puede mejorar la repetibilidad del ensayo.

Nota 1: Para conseguir datos correctos, los platos superior e inferior deben ser concéntricos entre sí. No existe ningún procedimiento establecido en la actualidad para verificar la concentricidad, excepto la observación visual. El plato móvil debe girar sin ninguna oscilación horizontal o vertical observable. Este funcionamiento se puede verificar visualmente o con un calibrador de carátula sostenido en el borde del plato móvil mientras está girando. Hay dos índices que se usan para determinar el correcto funcionamiento de un sistema de medición: la oscilación horizontal (centricity) y la oscilación vertical (runout). Típicamente, la oscilación se puede observar si es mayor que ± 0.02 mm. Para un sistema nuevo, es típica una oscilación de ± 0.01 mm. Si la oscilación aumenta con el uso a más de ± 0.02 mm, se recomienda que el instrumento sea reparado por el fabricante



DIMENSIÓN	8 mm NOMINAL	25 mm NOMINAL
A	8 ± 0.02 mm	25 ± 0.05 mm
B	≥ 1.50 mm	≥ 1.50 mm

Figura 750 - 2. Dimensiones de los platos

5.1.2 Cámara ambiental– Una cámara para controlar la temperatura de ensayo, mediante calentamiento o enfriamiento (en etapas), para mantener la probeta en un ambiente constante. El medio usado para el enfriamiento o el calentamiento del espécimen en la cámara ambiental no debe afectar las propiedades del ligante asfáltico. La temperatura en la cámara puede ser controlada por la circulación de un fluido como agua, un gas acondicionado como nitrógeno o, por un arreglo apropiado de elementos Peltier en estado sólido rodeando la muestra. Cuando se use aire forzado, se debe incluir un secador adecuado para prevenir la condensación de la humedad sobre los platos y aditamentos y, si se opera bajo el punto de congelación, se debe prevenir la formación de hielo. La cámara ambiental y el controlador deben controlar la temperatura de la probeta, incluyendo gradientes térmicos dentro de la muestra, con una exactitud de $\pm 0.1^\circ$ C. La cámara incluirá completamente los platos superior e inferior para minimizar los gradientes térmicos.

Nota 2: Si se utiliza un medio fluido, se puede requerir una unidad de baño circulatorio separada del reómetro de corte dinámico, la que bombeará el fluido a través de la cámara de ensayo.

5.1.2.1 Controlador de temperatura – Un controlador capaz de mantener la temperatura de las probetas dentro de 0.1° C, para temperaturas de ensayo en el rango de 3 a 88° C.

5.1.2.2 *Sensor interno de temperatura para el DSR* – Un termómetro de resistencia de platino (PRT) montado dentro de la cámara ambiental como parte integral del DSR, en contacto directo con el plato fijo, con un rango de temperatura de 3 a 88° C y con una resolución de 0.1° C (ver nota 3). Este termómetro se deberá usar para controlar la temperatura del espécimen de ensayo entre los platos y registrar lecturas continuas de temperatura durante el montaje, acondicionamiento y ensayo de la probeta.

Nota 3: Para este propósito se recomiendan termómetros de resistencia de platino (PRTDs) de acuerdo a la Norma DIN 43760 (Clase A) o equivalente. El PRTD se debe calibrar como una unidad integral con su respectivo medidor o circuito electrónico.

5.1.3 *Dispositivo de carga* – El dispositivo de carga deberá aplicar una carga oscilatoria sinusoidal al espécimen, a una frecuencia de 10.0 ± 0.1 rad/s. Si se usan frecuencias diferentes de 10 rad/s, la frecuencia deberá tener una exactitud de 1 %. El dispositivo de carga debe ser capaz de aplicar carga bajo modalidad de esfuerzo controlado o deformación controlada. Si la carga se aplica bajo modalidad de deformación controlada, el dispositivo de carga aplicará un torque cíclico suficiente para producir una deformación angular rotacional con una exactitud de 100 μ rad alrededor de la deformación especificada. Si la carga se aplica bajo la modalidad de esfuerzo controlado, el dispositivo de carga deberá aplicar un torque cíclico con una exactitud de 10 mN·m alrededor del torque especificado. La deformabilidad total del sistema a un torque de 100 N·m, será menor que 2 mrad/N·m. El fabricante del dispositivo debe proveer un documento que certifique que la frecuencia, el esfuerzo y la deformación, son controlados y medidos con una exactitud de 1.0 % o menos en el rango de la medida correspondiente.

5.1.4 *Sistema de control y registro de datos* – Este sistema proveerá un registro de temperatura, frecuencia, ángulo de deflexión y torque. Los dispositivos usados para medir estas cantidades deberán satisfacer los requerimientos de precisión especificados en la Tabla 750 - 1. Además, el sistema deberá calcular y registrar el esfuerzo de corte, la deformación de corte, el módulo de corte complejo (G^*) y el ángulo de fase (δ). El sistema deberá medir y registrar G^* , en el rango de 100 Pa a 10 MPa, con una exactitud menor o igual a 1.0 %, y el ángulo de fase en el rango de 0 a 90°, con una exactitud de 0.1°.

Tabla 750 - 1. Requerimientos del sistema de control y adquisición de datos

PROPIEDAD	EXACTITUD
Temperatura	0.1° C
Frecuencia	1 %
Torque	10 mN·m
Ángulo de deflexión	100 μ rad

- 5.2 Molde de la probeta (Opcional)** – Las dimensiones generales del molde de goma de silicona para formar las probetas de ensayo de ligante asfáltico pueden variar, pero el espesor deberá ser mayor de 5 mm. Si el molde es de muestra simple, las dimensiones que se encuentran convenientes son las siguientes: para un plato de prueba de 25 mm con una separación de 1 mm, un molde con una cavidad de aproximadamente 18 mm de diámetro y 2 mm de profundidad. Para un plato de prueba de 8 mm con una separación de 2 mm, un molde con una cavidad de aproximadamente 8 mm de diámetro y una profundidad de 2.5 mm.
- 5.3 Recortadora de probetas** – Una recortadora de probetas con un emparejador de ancho no menor de 4 mm.
- 5.4 Material para limpieza** – Paño limpiador, toallas de papel, hisopos de algodón u otro material adecuado para la limpieza de los platos.
- 5.5 Solventes de limpieza** – Aceite mineral, solvente de base cítrica, alcohol mineral, tolueno, u otro solvente similar para el lavado de los platos. Acetona para remover los residuos de solvente de las superficies de los platos.
- 5.6 Termómetro de referencia** – Cualquier termómetro de líquido en vidrio o electrónico identificable por NIST (Instituto Nacional de Estándares y Tecnología de Estados Unidos). Los termómetros de referencia deben ser guardados en el laboratorio como medios para verificar el termómetro portátil (Sección 8.3).
- 5.6.1 Termómetro de líquido en vidrio** – De rango apropiado y subdivisiones de 0.1° C. Deberá ser de inmersión parcial dentro del punto de congelamiento y calibrado de acuerdo con la norma ASTM E 563.
- 5.6.1.1 Lupa (opcional)** – Para uso con los termómetros de líquido en vidrio, con el fin de mejorar la legibilidad y minimizar el paralaje.

5.6.2 *Termómetro electrónico* – Que incorpore un detector de resistencia (ver nota 3) con una exactitud de $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$ y una resolución de 0.01°C . Se deberá calibrar al menos una vez al año, de acuerdo con la norma ASTM E 77.

5.7 *Termómetro portátil* – Un termómetro portátil consistente en un detector de resistencia con circuito electrónico asociado y lectura digital. El espesor del detector no debe ser mayor de 2.0 mm, de manera que pueda ser insertado entre los platos de prueba. El termómetro de referencia (ver numeral 5.6) puede ser usado para este propósito si su detector encaja dentro de la probeta testigo como se requiere en los numerales 8.4.1 u 8.4.2.

6 RIESGOS

6.1 Se deben observar los procedimientos de seguridad normalizados cuando se esté calentando el ligante asfáltico y preparando las probetas de prueba.

7 PREPARACIÓN DEL EQUIPO

7.1 Los aparatos de ensayo se deben preparar según las recomendaciones del fabricante. Los requerimientos específicos varían para los diferentes modelos y fabricantes de reómetros.

7.2 Se deben inspeccionar las caras de los platos de prueba y se debe descartar cualquier plato que presente bordes ásperos o redondeados, o rayones profundos. Se debe limpiar cualquier residuo de ligante asfáltico con un solvente orgánico, tal como aceite mineral, alcohol mineral, solvente de base cítrica o tolueno. Se debe remover cualquier residuo de solvente, limpiando la superficie de los platos con el hisopo de algodón o con un paño suave humedecido con acetona. Si es necesario, se debe utilizar un hisopo de algodón seco o un paño blando para asegurar que no hay humedad condensada en los platos.

7.3 Se montan los platos de prueba limpios e inspeccionados sobre las fijaciones de ensayo y se ajustan firmemente.

7.4 Se elige la temperatura de ensayo según el grado del ligante asfáltico o de acuerdo a la planificación preseleccionada de ensayo (nota 4). Se espera que el

reómetro alcance una temperatura estable alrededor de $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ de la temperatura de ensayo.

Nota 4: El Método Superpave y la práctica AASHTO R 29 proporcionan guías para la selección de las temperaturas de ensayo.

- 7.5** Con los platos a la temperatura de ensayo, o en el medio del rango de temperatura esperado, se establece el nivel inicial de separación: (1) girando manualmente el plato móvil para reducir la separación hasta que el plato móvil toque al plato fijo (la separación cero se logra cuando el plato deja de girar completamente), o (2) para reómetros con transductores de fuerza normal, reduciendo la separación y observado la fuerza normal y, una vez establecido el contacto entre los platos, poner la separación en cero aproximadamente cuando la fuerza normal es cero.

Nota 5: El marco, los detectores y las fijaciones del DSR cambian de dimensiones con la temperatura haciendo que el espacio cero se modifique al cambiar la temperatura. Los ajustes en el espacio no son necesarios cuando las medidas se realizan en un rango limitado de temperaturas. El espacio se debe ajustar a la temperatura de ensayo o, cuando los ensayos se hacen dentro de un rango de temperaturas, el espacio se deberá ajustar en la parte media de dicho rango. Para la mayoría de los instrumentos, no es necesario ajustar el espacio en un rango de temperaturas de $\pm 12^{\circ}\text{C}$ respecto de la temperatura a la cual se ajustó la separación cero. Si el instrumento dispone de una compensación de vacío térmica, el vacío se puede ajustar a la primera temperatura de ensayo en lugar de hacerlo a la parte media del rango de temperaturas de ensayo.

- 7.6** Una vez establecido el cero de separación según el numeral 7.5, se separan los platos aproximadamente hasta la separación de prueba y se precalientan. Con el precalentamiento de los platos se promueve la adhesión entre el ligante asfáltico y los platos, especialmente en las temperaturas intermedias.
- 7.7** Para precalentar los platos de 25 mm, se llevan a la temperatura de ensayo o a la menor temperatura de ensayo si se están llevando a cabo pruebas a más de una temperatura. Para precalentar los platos de 8 mm, se deben llevar los platos a una temperatura entre 34 y 46° C. Se separan los platos y se establece un espaciamiento de ajuste de 1.05 mm (para los especímenes de ensayo de 25 mm de diámetro) o 2.10 mm (para los especímenes de ensayo de 8 mm de diámetro).

Nota 6: Para obtener la adhesión adecuada entre el ligante asfáltico y los platos de prueba, éstos se deben precalentar. El precalentamiento es especialmente crítico cuando se usa el molde de silicona para la preparación del ligante asfáltico para trasladarlo al plato de prueba y cuando la prueba se realiza con los platos de 8 mm. Cuando se usa el método de colocación directa, a medida que los platos se ponen en contacto con el ligante asfáltico, el calor de éste mejora la adhesión. La temperatura de precalentamiento necesaria para lograr una adhesión adecuada dependerá del grado y de la naturaleza del ligante asfáltico y de la temperatura de ensayo (platos de 8 mm o de 25 mm). Para algunos grados de ligante muy rígidos, especialmente aquellos con altos niveles de modificación, el calentamiento de los platos a 46° C puede ser insuficiente para asegurar una adhesión apropiada entre el ligante y los platos de ensayo, sobre todo si se usa el molde de silicona y la prueba se realiza con los platos de 8 mm.

Solamente en el caso de asfaltos altamente modificados se pueden utilizar mayores temperaturas de precalentamiento.

8 VERIFICACIÓN Y CALIBRACIÓN

8.1 El reómetro de corte dinámico (DSR) y sus componentes se deben verificar por lo menos cada seis meses y cuando el DSR o los platos hayan sido recientemente instalados, cuando el DSR se cambia de sitio, o cuando se sospecha de la exactitud del DSR o de cualquiera de sus componentes. Cuatro elementos requieren ser verificados: el diámetro del plato de prueba, el transductor de torque del DSR, el termómetro portátil y la temperatura de la probeta de prueba DSR. Se debe verificar el transductor de temperatura antes de verificar el transductor del torque del DSR.

8.2 *Verificación del diámetro del plato* – Se miden los diámetros con aproximación al 0.01 mm más cercano. Se debe mantener un registro de las medidas de los diámetros como parte del plan de control de calidad del laboratorio, de manera que las medidas sean claramente identificadas con los platos respectivos. Se entran las dimensiones de las medidas reales en el software del DSR para que sean usadas en los cálculos. Si los diámetros de los platos superior e inferior difieren, se debe introducir la medida del más pequeño de los dos.

Nota 7: Un error de ± 0.05 mm en el diámetro del plato, produce un error de 0.8 % en el módulo complejo para platos de 25 mm. Para el plato de 8 mm, errores en el diámetro del orden de ± 0.01 , ± 0.02 y ± 0.05 mm dan errores en el módulo complejo de 0.5, 1.0, y 2.5 %, respectivamente.

8.3 *Verificación del termómetro portátil* – Se verifica el termómetro portátil (usado para medir la temperatura entre los platos), empleando el termómetro de referencia del laboratorio. Si el termómetro de referencia (numeral 5.6) se usa también como un termómetro portátil para medir la temperatura entre los platos de prueba, además deberá reunir los requisitos descritos en el numeral 5.7. Los termómetros electrónicos se deben verificar usando los mismos medidores y el mismo conjunto de circuitos (instalación eléctrica) empleados cuando se realiza la medida de temperatura entre los platos.

8.3.1 *Procedimiento recomendado para la verificación* – Se pone el termómetro de referencia en contacto íntimo con el detector del termómetro portátil y se colocan en un baño termostáticamente controlado, agitando el agua del baño (nota 8). Se debe asegurar que el agua del baño sea desionizada para prevenir la conducción eléctrica que puede ocurrir entre los electrodos del elemento sensible del

detector de temperatura. Si no se dispone de agua desionizada, el termómetro de referencia y el detector del termómetro portátil se deben encapsular en una bolsa plástica impermeable, antes de colocarlos en el baño. Se obtienen medidas a intervalos de, aproximadamente, 6°C en un rango por encima de las temperaturas de ensayo, permitiendo que el baño alcance el equilibrio térmico a cada temperatura. Si las lecturas del termómetro portátil y del termómetro de referencia difieren en más de 0.1°C , se debe grabar la diferencia en cada temperatura como una corrección de temperatura, y se deben mantener en un registro como parte del programa de control de calidad del laboratorio.

Nota 8: Un procedimiento recomendado para el rango alto de temperaturas es usar un baño de agua con agitación, controlado a $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$, como el baño de viscosidad usado en el procedimiento de las normas INV E-715 o INV E-716. Para un baño de baja temperatura se puede emplear un baño de hielo o un baño de temperatura controlada. La sonda del termómetro portátil se debe poner en contacto con el termómetro de referencia y se mantienen en contacto íntimo. Una banda de caucho funciona bien para este propósito. Se sumergen los termómetros ensamblados en el baño de agua, y se lleva éste al equilibrio térmico. Se anota la temperatura en cada dispositivo cuando se alcanza el equilibrio térmico.

Nota 9: Si las lecturas de los dos dispositivos difieren en 0.5°C o más, la calibración o el funcionamiento del termómetro portátil pueden ser sospechosos, y se puede requerir su recalibración o reemplazo. Un cambio continuo en las correcciones de temperatura durante el transcurso del tiempo, también puede hacer sospechoso el funcionamiento del termómetro portátil.

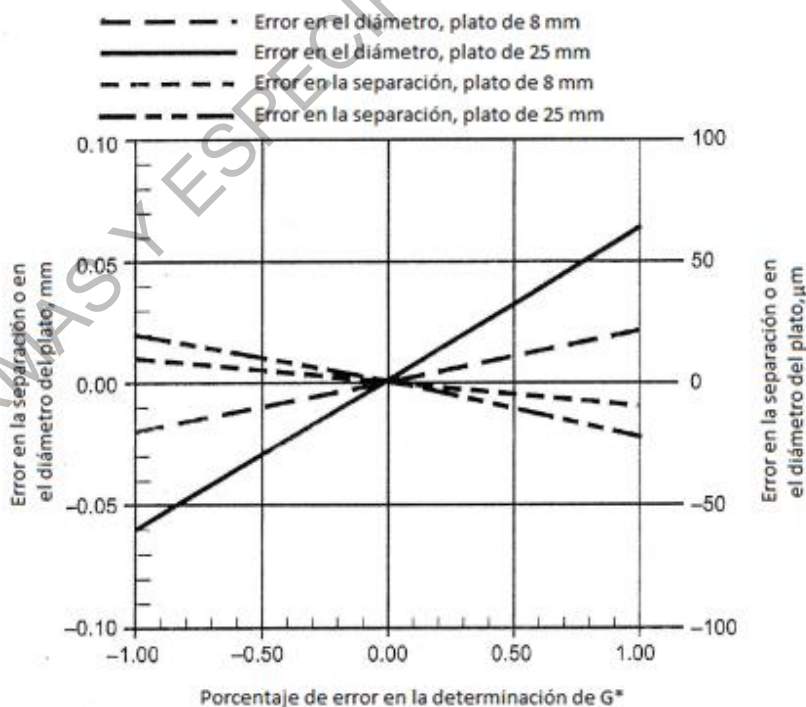


Figura 750 - 3. Efecto del error en la separación o en el diámetro del plato

8.4 *Corrección de la temperatura de la probeta de ensayo* – Gradientes térmicos dentro del reómetro pueden causar diferencias entre la temperatura de la probeta de ensayo y la temperatura indicada por el termómetro del DSR (también utilizada para controlar la temperatura del DSR). El termómetro del DSR se debe verificar a intervalos no mayores de seis meses. Cuando estas diferencias son de 0.1° C o mayores, se debe determinar una corrección de temperatura usando un detector térmico montado en un disco de caucho de silicona (numeral 8.4.1) o colocando ligante asfáltico (muestra testigo) entre los platos e insertando el detector del termómetro portátil en el ligante asfáltico (numeral 8.4.2).

8.4.1 *Método utilizando el disco de caucho de silicona* – Se coloca el disco entre los platos de prueba de 25 mm y se cierra la separación, para poner el disco de silicona en contacto con las caras de los platos superior e inferior. Si es necesario, se aplica una delgada capa de grasa derivada del petróleo o un compuesto anti-adherente para llenar completamente cualquier vacío entre el disco de silicona y los platos. Se necesita un contacto completo para asegurar la transferencia de calor entre los platos y el disco de silicona. Se determina cualquier corrección de temperatura necesaria según el numeral 8.4.3.

Nota 10: El compuesto antiadherente disponible con el nombre "anti-seize" en las ferreterías y en las tiendas de suministro de productos para automóviles, es mucho menos propenso a contaminar el agua circulante que la grasa de petróleo.

Nota 11: Los discos de silicona están disponibles, generalmente, en espesor de 2 mm y diámetro ligeramente mayor a 25 mm.

8.4.2 *Método utilizando la probeta testigo* – La probeta de la prueba testigo se debe hacer de ligante asfáltico u otro polímero con el que se pueda formar fácilmente entre los platos. La probeta de prueba testigo se monta entre los platos de ensayo y se inserta el detector (la sonda) del termómetro portátil dentro de ella. Se cierra la separación hasta el valor de prueba (1 mm para los platos de 25 mm y 2 mm para los platos de 8 mm), conservando centrado vertical y radialmente el detector en la probeta testigo. Se calientan los platos cuanto sea necesario para permitir que la probeta testigo llene completamente el espacio entre ellos. No es necesario recortar la probeta testigo, excepto cuando el material alrededor de los bordes de los platos sea excesivo. Se debe determinar cualquier corrección de temperatura necesaria según lo indicado en el numeral 8.4.3.

Nota 12: La boligoma puede dejar un residuo de aceite de silicona en las caras de los platos y, por esta razón, no se recomienda su uso como una probeta testigo.

8.4.3 *Determinación de la corrección de temperatura* – Se obtienen simultáneamente las medidas de temperatura con el termómetro del DSR y el termómetro portátil a incrementos de 6° C para cubrir el rango de las temperaturas de ensayo. Para cada incremento de temperatura, después de que se alcanza el equilibrio térmico, se registra la temperatura indicada por el termómetro portátil y por el termómetro del DSR con aproximación a 0.1° C. El equilibrio de temperatura se alcanza cuando la temperatura indicada por ambos termómetros no varía en más de 0.1° C durante un lapso de cinco minutos. Se deben obtener medidas adicionales para abarcar el rango entero de temperatura que será usado para medir el módulo de corte dinámico.

8.4.4 *Gráfico corrección versus temperatura de la probeta* – Utilizando los datos obtenidos en el numeral 8.4, se prepara un gráfico de la diferencia entre las dos temperaturas medidas (la del termómetro portátil y la del termómetro del DSR) contra la temperatura medida en el termómetro portátil (ver Figura 750 - 4). Esta diferencia es la corrección de temperatura que se debe aplicar al detector de temperatura del DSR para obtener la temperatura deseada en el espécimen de prueba colocado entre los platos de ensayo. De la gráfica se reporta la corrección de temperatura a la respectiva temperatura de ensayo, y se reporta la temperatura entre los platos como temperatura de ensayo. Alternativamente, en el software del equipo se pueden incorporar estas correcciones de temperatura.

Nota 13: La diferencia entre las dos medidas de temperatura puede no ser una constante para un reómetro dado, ya que puede variar con las diferencias entre las temperaturas de la prueba y del ambiente del laboratorio, así como con las fluctuaciones de la temperatura ambiente. La diferencia entre las dos medidas de temperatura es causada, en parte, por gradientes térmicos en la probeta de prueba en el dispositivo sujetador.

8.5 *Verificación del DSR* – Se verifica la exactitud del transductor del torque y del transductor de desplazamiento angular.

Nota 14: Un instrumento nuevo o reacondicionado se debe verificar semanalmente usando los procedimientos descritos en el numeral 8.5, hasta que se demuestre una verificación aceptable. Se recomienda mantener los datos en forma de gráfica de control, en el que se tracen las medidas de verificación contra las fechas calendario (Ver Anexo B).

8.5.1 *Verificación del transductor del torque* – Se debe verificar la calibración del transductor del torque al menos cada seis meses, usando un fluido de referencia o los dispositivos que el fabricante proporcione, cuando la calibración del transductor del torque sea sospechosa o cuando la

viscosidad dinámica, medida para el fluido de referencia, indique que el transductor del torque no está calibrado.

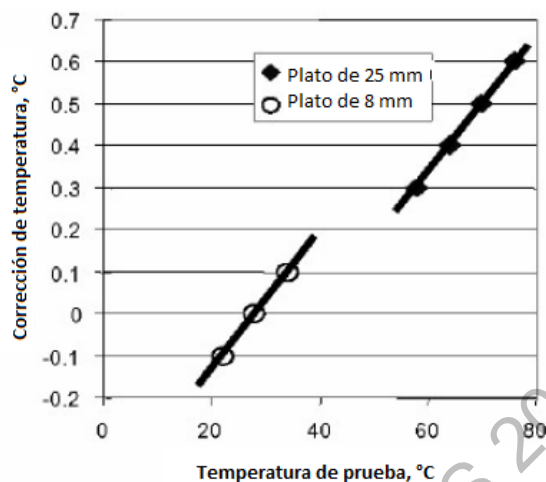


Figura 750 - 4. Determinación de la corrección de temperatura

8.5.1.1 Verificación del transductor del torque con fluido de referencia – La viscosidad compleja del fluido de referencia, medida en el DSR, deberá estar entre del 3 % de la viscosidad capilar reportada por el fabricante del fluido de referencia; en caso contrario, la calibración del transductor del torque se considerará sospechosa. La viscosidad compleja se calcula dividiendo el módulo complejo, G^* , por la frecuencia angular en rad/s. La práctica recomendada cuando se usa el fluido de la referencia se da en el Anexo C.

Nota 15: Un fluido de referencia conveniente está disponible con el número estándar de viscosidad N2700000SP de Cannon Instrument Company.

8.5.1.2 Verificación del transductor del torque con artefactos – Se verifica la calibración del transductor del torque usando los artefactos proporcionados por fabricante y de acuerdo con las instrucciones dadas por éste. Si los artefactos adecuados no están disponibles, este requerimiento debe ser descartado.

8.5.2 Verificación del transductor de desplazamiento angular – Si los artefactos suministrados por el fabricante están disponibles, se debe verificar la calibración cada seis meses o cuando la calibración del DSR sea sospechosa. Si los artefactos convenientes no están disponibles, se debe descartar este requisito.

- 8.5.3** Si el DSR no puede ser verificado con éxito de acuerdo con el numeral 8.5, no se podrá utilizar conforme con esta norma de ensayo hasta que se haya calibrado con éxito, bien sea por el fabricante o bien por personal de servicio calificado.

9 PREPARACIÓN DE MUESTRAS Y DE ESPECÍMENES DE ENSAYO

- 9.1** *Preparación de muestras de ensayo* – Si se va a ensayar un ligante original, se deben obtener las muestras de ensayo de acuerdo al método de la norma INV E-701.

- 9.1.1** Se calienta el ligante asfáltico del cual se obtendrá el espécimen, calentándolo hasta que esté suficientemente fluido para vaciar los especímenes requeridos. Este calentamiento previo elimina las asociaciones moleculares reversibles (endurecimiento estérico) que ocurren durante el almacenamiento normal a temperatura ambiente. No se debe exceder la temperatura de 163° C. Se cubre la muestra y se agita ocasionalmente durante el proceso de calentamiento para asegurar la homogeneidad y la remoción de las burbujas de aire. Se deben minimizar la temperatura y el tiempo de calentamiento, para evitar el endurecimiento de la muestra.

Nota 16: Se recomiendan temperaturas mínimas de vertido que produzcan una consistencia equivalente a la del aceite de motor SAE 10W30 a temperatura ambiente (de fácil vertido, pero no excesivamente fluido). Se debe evitar el calentamiento de ligantes asfálticos a temperaturas superiores a 135° C; sin embargo, con algunos asfaltos modificados o ligantes muy envejecidos, se pueden requerir temperaturas de vertido por encima de 135° C.

Nota 17: Para muestras envejecidas en el PAV, el ligante asfáltico se puede colocar en un horno de vacío ajustado a un máximo de 175° C durante 40 minutos. Debido a que la transferencia de calor en un horno de vacío es pobre, el ligante asfáltico no se sobrecalentará.

- 9.1.2** El material frío proveniente de los contenedores de almacenamiento debe ser calentado antes de su uso. La estructura desarrollada durante el almacenamiento puede dar como resultado una sobreestimación de los módulos hasta en un 50 %.
- 9.2** *Preparación de los especímenes de ensayo* – Se debe poner en cero la separación como se especifica en la Sección 7. Se limpian y secan cuidadosamente las caras de los platos de ensayo, para que la probeta se adhiera a ambos platos de manera uniforme y fuerte. Se debe llevar la cámara a una temperatura entre 34 y 46° C cuando se usen las probetas de 8 mm. Se lleva la cámara a la temperatura de ensayo o comienzo del rango (ver nota 6)

cuando se usen las probetas de 25 mm. Esto es para precalentar los platos y permitir así la adhesión del espécimen a ellos. Se debe preparar un espécimen de ensayo usando uno de los métodos especificados en los numerales 9.3.1, 9.3.2 o 9.3.3.

- 9.3** El espécimen se puede elaborar con alguno de los siguientes tres procedimientos: transfiriendo el ligante asfáltico a un plato de prueba por medio de vertido (numeral 9.3.1), transfiriendo directamente (numeral 9.3.2) y mediante el uso de un molde de silicona (numeral 9.3.3).

Nota 18: El traslado directo o vertido son los métodos preferidos, porque los resultados de la prueba son probablemente menos influenciados por el endurecimiento estérico que en el método de molde de silicona. La colocación directa y el vertido directo a las temperaturas más altas del ligante asfáltico cuando los platos y el ligante entran en contacto, se traduce en una mejora de la adherencia. Por esta razón, es también importante que después del vertido o colocación directa se lleven rápidamente al contacto el ligante asfáltico y los platos.

- 9.3.1** *Vertido* – Solamente cuando se usen reómetros diseñados de forma que se pueda levantar el plato sin ser afectada la configuración del cero, se remueve el plato móvil y mientras se sostiene el contenedor de muestras aproximadamente a 15 mm sobre la superficie del plato de ensayo, se vierte el ligante asfáltico en el centro del plato superior continuamente hasta que cubra el plato entero, excepto una franja de aproximadamente 2 mm de ancho en el perímetro (nota 19). Se espera solamente el tiempo suficiente para que el espécimen adquiera rigidez; entonces se monta el plato de ensayo en el reómetro.

Nota 19: Se pueden usar un gotero o una jeringa para transferir el asfalto caliente al plato.

- 9.3.2** *Traslado directo* – Se trasfiere el ligante caliente a uno de los platos, usando una varilla de vidrio o metálica, una espátula, o una herramienta similar. Inmediatamente después de transferir el ligante caliente a uno de los platos, se procede como se indica en el numeral 9.4 para recortar el espécimen y formar la saliente.

Nota 20: Se ha encontrado que una espátula de acero inoxidable, pequeña y angosta, del tipo usado para pesar polvos en una balanza analítica, es apropiada para transferir el ligante caliente. Cuando se usa una varilla, se debe formar una masa de tamaño suficiente para formar el espécimen de ensayo usando un movimiento de torsión. El movimiento de torsión parece mantener bajo control la masa en la varilla. Una varilla de 4 a 5 mm de diámetro es adecuada. La técnica de la varilla de vidrio es especialmente útil para el plato del 8 mm.

- 9.3.3** *Molde de silicona* – Se vierte el ligante asfáltico caliente dentro del molde de goma de silicona, lo que formará una bolita con las dimensiones indicadas en el numeral 5.2. Se permite que el molde de goma de silicona se enfríe a temperatura ambiente. El espécimen se

puede montar tanto en el plato superior como en el inferior. Para montar el espécimen en el plato inferior se remueve la bolita del molde y se centra sobre el plato inferior del DSR. Para montar el espécimen en el plato superior, se centra éste aún dentro del molde sobre dicho plato. Se presiona suavemente el espécimen contra el plato superior y entonces se quita el molde de caucho de silicona con cuidado, quedando el espécimen adherido al plato superior.

9.3.3.1 El molde lleno se debe dejar enfriar a la temperatura ambiente, colocándolo sin refrigerar sobre una superficie plana en el laboratorio. Un enfriamiento por debajo de la temperatura ambiente, resulta en una historia térmica desconocida que puede afectar los valores medidos del módulo y del ángulo de fase. En el enfriamiento también se puede producir humedad en la superficie del espécimen que afectará la adhesión entre éste y los platos.

Nota 21: No se deben usar solventes para limpiar los moldes de caucho de silicona. Los moldes se deben limpiar con un paño limpio para quitar cualquier residuo de ligante asfáltico. Con el uso, los moldes se manchan de asfalto, dificultando la remoción del ligante del molde. Si los pegotes se vuelven un problema, se deberá desechar el molde.

Nota 22: Algunos grados de ligantes no se pueden remover del molde de silicona sin enfriar. En los ligantes blandos, de grados tales como PG 52-34, PG 46-34 y algunos PG 58-34 (o sus equivalentes en otros sistemas de clasificación), no se facilita el desmolde a las temperaturas ambientes. Si la probeta de ligante no se puede desmoldar sin enfriar, se puede usar el método de traslado directo o vertido, o el molde lleno puede ser enfriado en un congelador o refrigerador durante el tiempo mínimo necesario para facilitar el desmolde del espécimen.

9.4 *Conformación del espécimen de ensayo* – Inmediatamente después de que el espécimen ha sido colocado en uno de los platos como se describió anteriormente, se deben mover los dos platos de prueba juntos hasta que la separación entre ellos iguale la separación de ensayo más el cierre requerido de la separación para crear la saliente (ver numeral 9.5, cierre de separación requerido para crear la saliente). Se debe retirar el exceso de ligante asfáltico del borde de los platos, moviendo una espátula adecuada caliente alrededor del perímetro de ellos, de manera que el ligante asfáltico vaciado coincida con el diámetro exterior de los platos.

Nota 23: La espátula se debe encontrar a una temperatura suficientemente alta para cortar el espécimen pero no demasiado como para producir la pirólisis de su borde.

Nota 24: La separación se debe ajustar a la temperatura de inicio de la prueba (numeral 10.1.1) o a la media del rango esperado de temperaturas de ensayo (numeral 10.1.2). Se debe ver la nota 5 como guía para el ajuste de la separación. Típicamente, se pueden obtener resultados confiables de ensayo con una sola muestra usando temperaturas dentro de 12° C de la temperatura a la cual se fija la separación.

- 9.5 Creación de la saliente** – Cuando el arreglo de la probeta está completo, se disminuye la separación por la cantidad requerida para que se forme una ligera saliente en la cara externa del espécimen de ensayo. La separación requerida para crear una saliente es específica para cada reómetro y depende de factores tales como el diseño del reómetro y la diferencia de temperatura entre la temperatura del arreglo y la temperatura del ensayo. Para crear la saliente, los valores recomendados para cerrar la separación son de 0.05 mm para el plato de 25 mm y de 0.10 mm para el plato de 8 mm. Una práctica recomendada para verificar el cierre requerido de la separación con el objeto de producir una saliente apropiada se da en el Anexo D.

Nota 25: El módulo complejo se calcula suponiendo que el diámetro de la probeta es igual al diámetro del plato. Si el ligante forma una superficie cóncava en sus bordes exteriores esta suposición no será válida y el módulo se subestimarán. El módulo calculado se basa en el radio del plato elevado a la cuarta potencia. Se recomienda una saliente ligera igual a, aproximadamente, un cuarto de la separación. Un procedimiento para determinar el valor del cierre requerido para formar una separación aceptable se presenta en el Anexo D.

10 PROCEDIMIENTO

- 10.1** Se lleva el espécimen a la temperatura de ensayo $\pm 0.1^\circ \text{C}$ (ver nota 4).

Nota 26: La separación se debe ajustar a la temperatura de inicio de la prueba (numeral 10.1.1) o a la media del rango esperado de temperaturas de la prueba (numeral 10.1.2). Se debe ver la nota 5 como guía en el ajuste de la separación. Típicamente, se pueden obtener resultados confiables de ensayo con una sola muestra, usando temperaturas dentro de 12°C de la temperatura a la cual se fija la separación.

- 10.1.1** Cuando se ensaye un ligante de acuerdo al método Superpave, se selecciona la temperatura de ensayo apropiada según la especificación Superpave para ligantes asfálticos.

- 10.1.2** Cuando se realice un barrido de temperaturas, se debe iniciar el ensayo a una temperatura en el medio del rango, y se aumenta o disminuye hasta cubrir el rango deseado de temperaturas de prueba.

- 10.2** Se ajusta el controlador de temperatura a la temperatura deseada de ensayo, incluyendo cualquier compensación requerida, como se indica en el numeral 8.4.4. Se permite que la temperatura indicada en el RTD alcance el valor deseado. El ensayo se podrá comenzar sólo después de que la temperatura haya permanecido en el valor deseado $\pm 0.1^\circ \text{C}$ por, al menos, 10 minutos.

Nota 27: Es imposible especificar un solo tiempo de equilibrio que sea válido para los reómetros producidos por distintos fabricantes. El diseño del sistema de control ambiental (baño de fluido u horno de aire) y la temperatura de inicio determinarán el tiempo requerido para alcanzar la temperatura de ensayo. El método para determinar el tiempo correcto de equilibrio térmico se describe en el Anexo E.

- 10.3 Modo de control de deformación** – Cuando se opere en un modo de control de deformación, se debe determinar el valor de la deformación de acuerdo a los valores del módulo complejo. Se controla la deformación dentro del 20 % del valor objetivo calculado mediante la siguiente ecuación:

$$\gamma, \% = \frac{12.0}{(G^*)^{0.29}} \quad [750.1]$$

Donde: γ : Deformación de corte, %;

G^* : Módulo complejo, kPa;

- 10.3.1** Cuando se prueban especímenes para verificar el cumplimiento de la especificación Superpave, se debe seleccionar el valor de la deformación de acuerdo con la Tabla 750 - 2. Los reómetros de corte dinámico contienen un software que controla automáticamente la deformación sin requerir la intervención del operador.

Tabla 750 - 2. Valores de deformación objetivo

MATERIAL	kPa	DEFORMACIÓN, %	
		VALOR OBJETIVO	RANGO
Ligante original	$1.0 G^*/\text{sen } \delta$	12	9 a 15
Residuo RTFO	$2.2 G^*/\text{sen } \delta$	10	8 a 12
Residuo PAV	$5000 G^* \text{ sen } \delta$	1	0.8 a 1.2

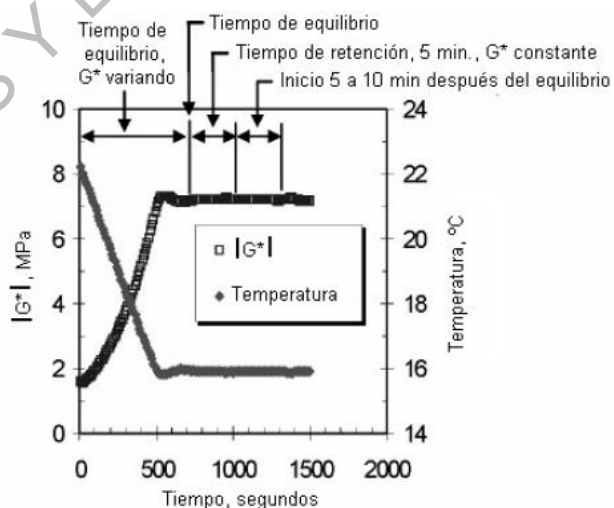


Figura 750 - 5. Determinación del tiempo de equilibrio térmico

- 10.4** *Modo de control de esfuerzo* – Cuando se opere en modo de control de esfuerzo, se determina el nivel de tensión de acuerdo al valor del módulo complejo. Se debe controlar la tensión dentro del 20% del valor objetivo calculado por la siguiente ecuación.

$$\tau = 12.0(G^*)^{0.71} \quad [750.2]$$

Donde: τ : Esfuerzo cortante, kPa;

G^* : Módulo complejo, kPa.

- 10.4.1** Cuando se prueben los especímenes para verificar el cumplimiento de las especificaciones Superpave, se deben seleccionar los valores apropiados de esfuerzo de la Tabla 750 - 3. Los reómetros de corte dinámico contienen un software que controla automáticamente el nivel de esfuerzo sin requerir la intervención del operador.

- 10.5** Cuando la temperatura se ha equilibrado, se debe acondicionar la muestra aplicando la tensión requerida por 10 ciclos o un rango requerido de 8 a 16 ciclos, a una frecuencia de 10 rad/s (nota 28). Se obtiene una medida de ensayo registrando los datos para 10 ciclos adicionales o un rango de 8 a 16 ciclos. Se deben reducir los datos obtenidos para la segunda serie de ciclos, para producir un valor del módulo complejo y del ángulo de fase. Para reducir los datos se usa típicamente una transformada rápida de Fourier. Se pueden obtener múltiples mediciones para verificar que la muestra está apropiadamente preparada. La separación entre el ligante y los platos o la fractura de la muestra, pueden provocar disminuciones en los módulos en mediciones repetidas. Algunos ligantes pueden exhibir un módulo reducido con aplicación continua de tensiones de corte (mediciones múltiples). El sistema de adquisición de datos obtiene y reduce automáticamente los datos cuando está apropiadamente activado. Cuando se realicen ensayos a más de una frecuencia, se inicia el ensayo a la frecuencia más baja y se incrementa hasta la frecuencia mayor.

Nota 28: La frecuencia patrón de 10 rad/s se usa cuando se ensayan ligantes según método Superpave.

Tabla 750 - 3. Niveles de esfuerzo objetivo

MATERIAL	kPa	ESFUERZO, kPa	
		VALOR OBJETIVO	RANGO
Ligante original	1.0 G^* /sen δ	0.12	0.09 a 0.15
Residuo RTFO	2.2 G^* /sen δ	0.22	0.18 a 0.26
Residuo PAV	5000 G^* sen δ	50.0	40.0 a 60.0

- 10.6** El sistema de adquisición de datos especificado en el numeral 5.1.4 calcula automáticamente G^* y δ a partir de la información registrada, cuando está apropiadamente activado.
- 10.7** Se debe iniciar la prueba inmediatamente después de preparar y conformar el espécimen. El ensayo a temperaturas subsecuentes se deberá realizar tan rápidamente como sea posible, para minimizar el efecto de las asociaciones moleculares (endurecimiento estérico) que puede causar un incremento en el módulo si el espécimen permanece en el reómetro por un período prolongado. Cuando se ensaye a múltiples temperaturas, todos los ensayos se deben realizar en un término de 4 horas.

11 INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS

- 11.1** El módulo dinámico y el ángulo de fase dependen de la magnitud de la deformación de corte; el módulo y el ángulo de fase para cementos asfálticos modificados y no modificados disminuye al aumentar la deformación de corte, como se muestra en la Figura 750 - 6. Un gráfico como el de la Figura 750 - 6 se puede generar aumentando gradualmente la amplitud de carga o de deformación, con lo cual produce un barrido de deformación. No es necesario generar tales barridos durante ensayos normales; sin embargo, estos gráficos son útiles para verificar los límites de la región lineal.
- 11.2** Se puede definir una región lineal con base en pequeñas deformaciones, donde el módulo es relativamente independiente de la deformación de corte. Esta región variará según la magnitud del módulo complejo. La región lineal se define como el rango en deformación donde el módulo complejo es 95% o mayor del valor para deformación cero.

- 11.3** La tensión de corte varía linealmente desde cero en el centro de los platos hasta un máximo en las extremidades de su perímetro. El esfuerzo cortante se calcula a partir del torque aplicado o medido, de la deformación aplicada o medida y de la geometría del espécimen de ensayo.

12 INFORME

- 12.1** Se registra la identificación y la descripción completa del material ensayado, incluyendo nombre, código, fuente y tipo de recipiente de la muestra.
- 12.2** Se describe el instrumento usado para el ensayo, incluyendo marca y modelo.
- 12.3** Los niveles de deformación y esfuerzo especificados en las Tablas 750 - 2 y 750 - 3 han sido seleccionados para asegurar un punto de referencia común, que ha mostrado estar dentro de la región lineal para ligantes asfálticos originales y modificados. Algunos sistemas pueden no ser lineales en esta región. Cuando se observe esta situación, se informará el módulo a los niveles de tensión o deformación recomendados, pero se deja constancia de que las condiciones de ensayo resultaron fuera de la región lineal.
- 12.4** Para cada ensayo, se informa lo siguiente:
- 12.4.1** Diámetro del plato de ensayo, aproximado a 0.1 mm y separación de ensayo, aproximada a 1µm.
 - 12.4.2** Temperatura de ensayo, aproximada a 0.1° C.
 - 12.4.3** Frecuencia de ensayo, aproximada a 0.1 rad/s.
 - 12.4.4** Amplitud de deformación, aproximada a 0.01 %, o el torque, aproximado al mN·m.
 - 12.4.5** El módulo complejo G^* para las 10 mediciones, en kPa con tres cifras significativas.
 - 12.4.6** El ángulo de fase (δ) para los segundos 10 ciclos, aproximado a 0.1°.

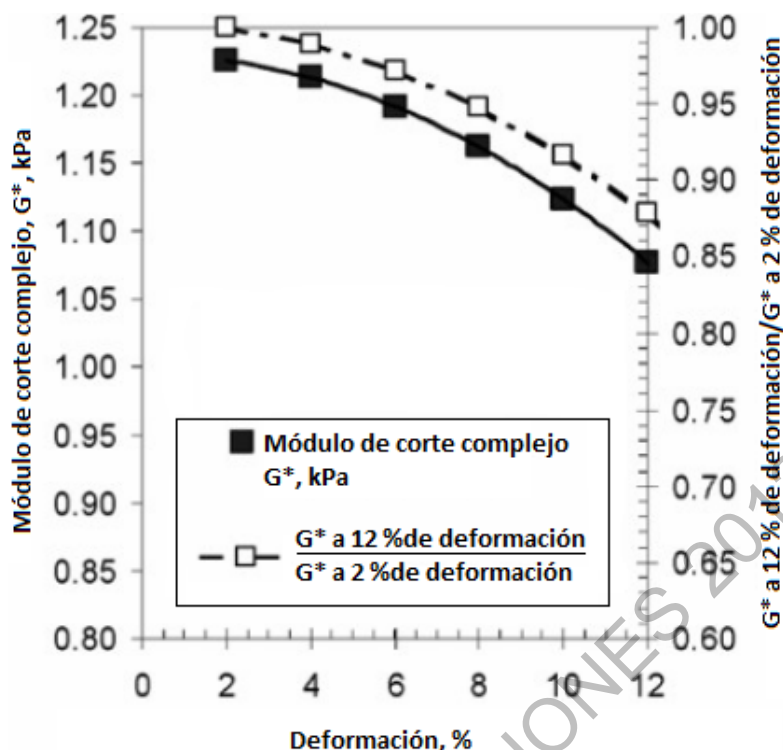


Figura 750 - 6. Ejemplo de un barrido de deformación

13 PRECISIÓN Y SESGO

13.1 Precisión – Los criterios para juzgar la aceptabilidad de los resultados de corte dinámico obtenidos por este método, se dan en la Tabla 750 - 4.

13.1.1 Precisión de un solo operador (Repetibilidad) – Los valores en la columna 2 de la Tabla 750 - 4 son los coeficientes de variación que se consideran apropiados para las condiciones de ensayo descritas en la columna 1. Resultados obtenidos por duplicado por el mismo operador, usando el mismo equipo y en el mismo laboratorio, no se considerarán dudosos a menos que la diferencia en los resultados, expresada como porcentaje de su promedio, exceda los valores dados en la columna 3 de la Tabla 750 - 4.

13.1.2 Precisión multilaboratorio (Reproducibilidad) – Los valores en la columna 2 de la Tabla 750 - 4 son los coeficientes de variación que se consideran apropiados para las condiciones de ensayo descritas en la columna 1. Dos resultados emitidos por dos operadores diferentes, ensayando el mismo material en diferentes laboratorios, no se

considerarán dudosos a menos que la diferencia entre ellos, expresada como porcentaje de su promedio, exceda los valores dados en la columna 3 de la Tabla 750 - 4.

Tabla 750 - 4. Estimativos de precisión

CONDICIÓN	COEFICIENTE DE VARIACIÓN (1s%) ^A	RANGO ACEPTABLE DE DOS RESULTADOS DE ENSAYO (d2s%) ^A
<i>Precisión de un solo operador:</i>		
Ligante original: G*/sen δ (kPa)	2.3	6.4
Residuo RTFO: G*/sen δ (kPa)	3.2	9.0
Residuo PAV: G* sen δ (kPa)	4.9	13.8
<i>Precisión multilaboratorio</i>		
Ligante original: G*/sen δ (kPa)	6.0	17.0
Residuo RTFO: G*/sen δ (kPa)	7.8	22.2
Residuo PAV: G* sen δ (kPa)	14.2	40.2

^A Estos valores representan el 1s % y el d2s % descritos en Práctica ASTM C670

Nota 29: Los estimativos de precisión dados en la Tabla 750 - 4 se basan en el análisis de los resultados de ensayos realizados sobre ocho pares de muestras. Los datos analizados consistieron en los resultados de 185 a 208 laboratorios para cada uno de los ocho pares de muestras. Los análisis incluyeron 5 grados de ligantes: PG 52-34, PG 64-16, PG 64-22, PG 70-22 y PG 76-22 (SBS modificado). Los resultados promedio del asfalto original para G/sen δ variaron de 1.067 a 2.342 kPa. Los resultados del residuo RTFO para G*/sen δ variaron de 2.274 a 7.733 kPa. Los resultados promedio del residuo PAV para G*-sen δ variaron de 1100 a 4557 kPa.*

Nota 30: A manera de ejemplo, dos ensayos realizados sobre el mismo residuo PAV dieron resultados de 1200 y 1300 kPa. El promedio de estos dos resultados es 1250 kPa. Entonces, el rango aceptable de resultados es el 13.8% de 1250 kPa, es decir, 173 kPa. Como la diferencia entre 1200 y 1300 kPa es menor de 173 kPa, se concluye que los dos resultados se encuentran dentro del rango aceptable.

13.2 Sesgo – No se presenta información sobre el sesgo de este procedimiento de ensayo, puesto que no hay ningún material que presente un valor de referencia aceptable.

14 NORMAS DE REFERENCIA

AASHTO T 315 – 09

ANEXO A (Informativo)

COMPROBACIÓN DE LA LINEALIDAD

A.1 Objeto:

A.1.1 Este procedimiento se emplea para determinar si un ligante asfáltico no envejecido exhibe un comportamiento lineal o no lineal en la temperatura de grado superior, es decir, 52, 58, 64, 70, 76, u 82° C. La determinación se basa en el cambio del módulo de corte complejo a 10 rad/s, cuando la deformación es incrementada desde 2 a 12 %.

A.2 Procedimiento:

A.2.1 Se verifican el DSR y sus componentes, de acuerdo con la Sección 8 de esta norma.

A.2.2 Se prepara el DSR de acuerdo con la Sección 9 de esta norma.

A.2.3 Se prepara un espécimen de ensayo con plato de 25 mm, tal como se describe en la Sección 10 de esta norma. Se selecciona la temperatura de prueba como la temperatura de grado superior para el ligante en cuestión.

A.2.4 Se determina el módulo de corte complejo a deformaciones de 2 y 12 %, siguiendo el procedimiento descrito en la Sección 11 exceptuando lo anotado a continuación. Siempre se debe iniciar con la tensión más baja y se procede a la siguiente más alta.

A.2.4.1 *Reómetros controlados por deformación* – Si el software proporcionado con el DSR va a controlar automáticamente las pruebas a deformaciones múltiples, el DSR se programa para obtener el módulo de corte complejo a las deformaciones de 2, 4, 6, 8, 10 y 12 %. Si el control automático no está

disponible, se prueba seleccionando manualmente las deformaciones de 2, 4, 6, 8, 10 y 12 %.

A.2.4.2 Reómetros controlados por tensión – Se calcula la tensión de arranque basada en el módulo de corte complejo G^* , y en la tensión de corte, τ , determinados a la temperatura superior del grado del ligante. A esta temperatura, el módulo complejo, G^* , deberá ser mayor o igual a 1.00 kPa y la tensión de corte, τ , estará entre 0.090 y 0.150 kPa (ver Tabla 750 - 2). Se calcula la tensión de arranque como $\tau / 6.00$ kPa. Se aumenta la tensión en cinco incrementos de $\tau / 6.00$ kPa.

Nota A1: Ejemplo de cálculo: Se asume un ligante asfáltico de PG 64-22 con $G^ = 1.29$ kPa a 64°C y $\tau = 0.135$ kPa. La tensión de arranque será $1.35 \text{ kPa} / 6 = 0.225$ kPa. Se debe probar a 0.225, 0.450, 0.675, 0.900, 1.13, y 1.35 kPa, empezando con 0.225 kPa.*

A.3 Gráfica módulo complejo (G^*) contra deformación:

A.3.1 Se debe realizar una gráfica de módulo de corte complejo contra el % de deformación como la mostrada en la Figura 750 - 6. En la gráfica se determina el módulo de corte complejo a 2 y 12 % de deformación.

A.4 Cálculos:

A.4.1 Se calcula la relación de modular dividiendo el módulo de corte complejo a 12 % de deformación por el módulo de corte complejo a 2 % de deformación.

A.5 Informe:

A.5.1 Se debe reportar la siguiente información:

A.5.1.1 El módulo de corte complejo (G^*) con tres cifras significativas.

A.5.1.2 La deformación, redondeada a 0.1 %.

A.5.1.3 La frecuencia, redondeada a 0.1 rad/s.

A.5.1.4 La relación modular calculada dividiendo el módulo a 12 % de deformación por el módulo a 2 % de deformación.

A.6 Interpretación de los datos:

- A.6.1** Para considerar el material como no lineal, la relación modular, calculada como se indica en el numeral A.4, debe ser < 0.900 y para considerarlo como lineal debe ser ≥ 0.900 . Si la medida fue realizada en el rango no lineal del material, los resultados obtenidos bajo esta norma serán considerados como inválidos para clasificar un ligante de acuerdo con el sistema Superpave.

ANEXO B
(Informativo)**GRÁFICAS DE CONTROL**

B.1 Gráficas de control:

- B.1.1** Las gráficas de control son empleadas comúnmente por varias industrias, incluyendo la de la construcción de carreteras, para controlar la calidad de los productos. Estas gráficas brindan un medio para organizar, mantener e interpretar los datos de los ensayos. Como tales, las gráficas de control constituyen un medio excelente para organizar, mantener e interpretar los datos de los ensayos de verificación del DSR. Para desarrollar gráficas de control y procesos de decisión que sean parte del control de calidad estadístico, se usan procedimientos formales basados en principios estadísticos.
- B.1.2** Una gráfica de control es, simplemente, una representación gráfica de los resultados de los ensayos a través del tiempo. Dibujando los valores medidos en el laboratorio para el fluido de referencia en un formato de gráficas de control resulta fácil ver cuándo: (1) las medidas están bien controladas y tanto el dispositivo como el operador están trabajando adecuadamente; (2) las medidas se están volviendo más variables con el tiempo, lo que indica un posible problema con el equipo de ensayo o con el operador; y (3) las medidas de laboratorio para el fluido están en promedio por encima o por debajo del valor objetivo.
- B.1.3** Se consiguen excelentes programas de software para generar y mantener gráficas de control. Algunos paquetes de análisis estadístico contienen procedimientos que se pueden usar para generar estas gráficas. Hojas de cálculo como las de Microsoft Excel se pueden usar también para generar las gráficas de control y, por supuesto, las

gráficas también se pueden elaborar manualmente (ver Tabla 750B - 1 como un ejemplo de hoja de salida).

B.2 *Cuidado al seleccionar los datos:*

B.2.1 Los datos empleados para generar las gráficas de control se deben obtener con gran cuidado. La idea de la aleatoriedad es importante pero no requiere ser demasiado complicada. Un ejemplo mostrará por qué se requiere una muestra al azar – un laboratorio mide siempre el fluido de referencia al inicio del turno o de la jornada. Estas medidas pueden ser sesgadas por errores iniciales, tal el caso de la falta de estabilidad de la temperatura cuando el dispositivo se pone en funcionamiento. La muestra al azar asegura que la medida es representativa del proceso o del material que se está ensayando. Dicho de otro modo, una muestra al azar tiene la misma posibilidad de ser escogida que otra muestra. Una medida o muestra tomada siempre al comienzo o al final del día, o justo antes de la pausa para el café no tiene esta oportunidad.

B.3 *Ejemplo:*

B.3.1 La potencia de la gráfica de control se ilustra en la Tabla 750B - 1, utilizando los datos de verificación obtenidos para el DSR. Otros datos de verificación del DSR apropiados para su presentación en gráficas de control de calidad incluyen las medidas para determinar la corrección de temperatura, la calibración del termómetro electrónico y para mantener los datos generados internamente por muestras de referencia del ligante asfáltico. Para este ejemplo, la viscosidad reportada para el fluido de referencia es 271 Pas; por lo tanto, el valor calculado para G^* es 2.71 kPa. Este valor de G^* se identifica como “ G^* del fluido de referencia” en la Figura 750B - 1. El laboratorio debería obtener este valor como promedio si no existe sesgo.

Tabla 750B - 1. Datos de la muestra de ensayo

SEMANA	G^* MEDIDA, kPa
1	2.83
2	2.82
3	2.77
4	2.72
5	2.69
6	2.72

SEMANA	G* MEDIDA, kPa
7	2.77
8	2.75
9	2.71
10	2.82
11	2.66
12	2.69
13	2.75
14	2.69
15	2.73
16	2.77
17	2.72
18	2.67
19	2.66
20	2.78
21	2.74
22	2.69
Promedio	2.73
Desviación estándar	0.051
Coefficiente de variación	1.86

B.3.2 *Comparación del promedio de G* en el laboratorio durante 22 semanas con el valor calculado del fluido de referencia*

B.3.2.1 El promedio de las medidas de las 22 semanas se identifica como “promedio de 22 semanas de laboratorio” en la Figura 750B - 1. Durante las 22 semanas en las cuales se realizaron las medidas, el valor promedio fue 2.73 kPa. Este valor se compara favorablemente con el valor de referencia calculado de 2.71 kPa, difiriendo del promedio por sólo 0.7 %. Esto es sólo un pequeño sesgo.

B.3.3 *Comparación del coeficiente de variación de las medidas de laboratorio con el coeficiente de variación de un método de selección round robin*

B.3.3.1 En un estudio previo del tipo *round robin*, se encontró que la desviación estándar en un laboratorio (d1s) para el fluido fue 0.045 (CV = 1.67 %). La desviación estándar de las 22 semanas para los valores medidos de G* es 0.051 y el CV 1.86 %. Se debe anotar que el CV de 1.86 % para las 22 semanas también

incluye la variabilidad diaria, que es un componente de variabilidad que no está incluido en el valor d1s del *round robin*. Con base en esta información, se considera que las medidas de variabilidad del laboratorio son aceptables.

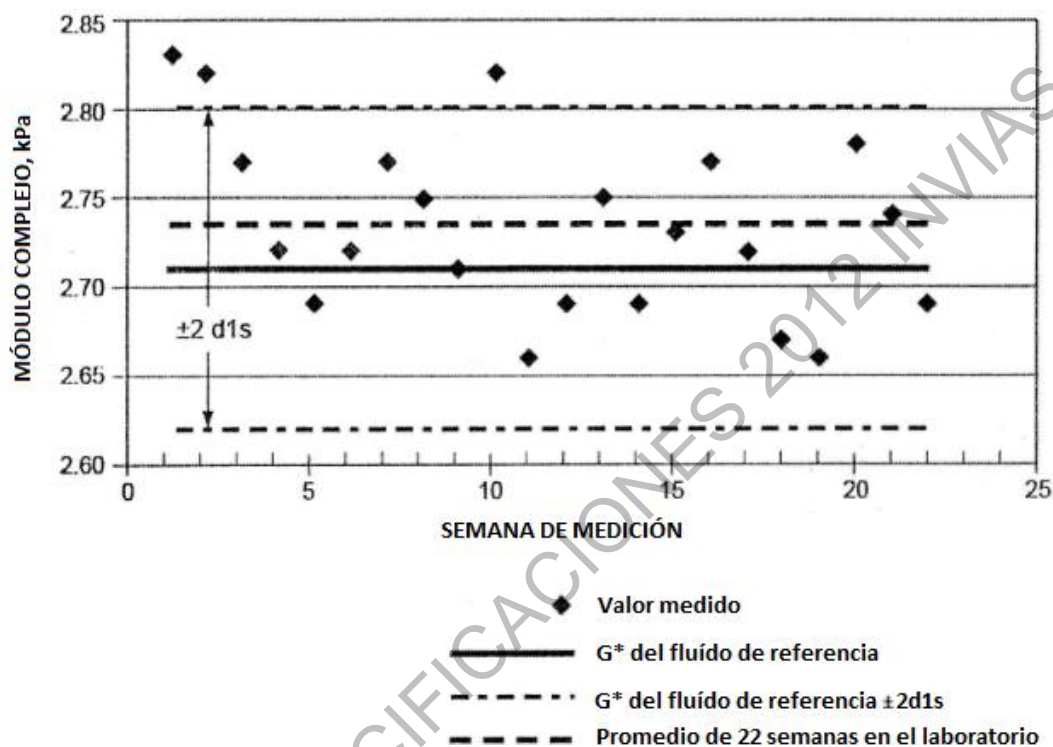


Figura 750B - 1. Gráfica de control

B.3.4 Variabilidad de los valores medidos

B.3.4.1 En la Figura 750B - 1, el valor G^* calculado para el fluido de referencia se muestra como una línea continua. Allí se muestran, también, dos líneas a trazos que representan el G^* calculado del fluido de referencia $\pm 2d1s$, donde d1s es el valor del *round robin*. El valor de referencia calculado para el fluido es 2.71 kPa y la desviación estándar es 0.045. Así, una desviación de 2d1s da valores de:

$$2.71\text{kPa} \pm (2) (0.045) = 2.80 \text{ kPa}, 2.62 \text{ kPa}$$

B.3.4.1.1 Si los procedimientos de laboratorio están bajo control, el equipo está apropiadamente calibrado y no hay sesgo en el laboratorio, el 95 % de las medidas deberían caer en el rango entre 2.62 y

2.80 kPa. Las medidas por fuera de este rango se consideran sospechosas y se deberá investigar su causa, la cual podrá ser o bien debida a la variabilidad del ensayo o bien al sesgo del laboratorio. La medida de la semana 10 en la Figura 750B - 1 cae por fuera de los límites $\pm 2d1s$ siendo ello motivo para investigar los procedimientos de ensayo y de verificación.

B.3.4.1.2 Si una medida se desvía del objetivo, en este caso el G^* del fluido de referencia, por más de $\pm 3d1s$, se debe iniciar una acción correctiva. El rango $\pm 3d1s$ limita el 99.7 % de los valores medidos, si los procedimientos del laboratorio están bajo control y el equipo se encuentra adecuadamente calibrado.

B.3.5 *Tendencias en el valor medido*

B.3.5.1 La gráfica de control se puede utilizar, también, para identificar tendencias no deseadas en los datos. Por ejemplo, entre las semanas 1 y 5 se observa un decrecimiento continuo en el valor medido. Esto es motivo para investigar la razón de dicha tendencia. Reglas más sofisticadas para analizar tendencias en las gráficas de control se pueden encontrar en la literatura especializada.

ANEXO C

UTILIZACIÓN DEL FLUIDO DE REFERENCIA

C.1 *Fluido de referencia*

C.1.1 Un polímero orgánico producido por *Cannon Instrument Company* como N2700000SP, se ha encontrado conveniente para ser utilizado como fluido de referencia para verificar la calibración del DSR. La viscosidad del fluido es, aproximadamente, 270 Pa·s a 64° C. Sin embargo, la viscosidad del fluido varía de un lote a otro. La viscosidad de cada lote específico se encuentra impresa en la etiqueta de la botella.

C.2 *Precauciones al usar el fluido de referencia*

C.2.1 Algunos cuidados cuando se esté usando el fluido de referencia son:

- C.2.1.1** El fluido no puede ser usado para verificar la exactitud de la medida de ángulo de fase.
- C.2.1.2** El fluido no se debe calentar, puesto que al calentarlo se puede degradar dando lugar a un cambio en su viscosidad.
- C.2.1.3** El fluido sólo se debe usar para la comprobación, después de que las medidas de temperatura sean verificadas en el DSR.
- C.2.1.4** El fluido no se puede usar para calibrar el transductor del torque. El fabricante u otro personal de servicio calificado deberán realizar la calibración empleando un dispositivo diseñado específicamente para ello. Por lo general, estos dispositivos de calibración no se encuentran en los laboratorios.
- C.2.1.5** Cuando se ensaya a 10 rad/s, el fluido de la referencia sólo se debe usar a 64° C o más. A menores temperaturas, el fluido es viscoelástico; en esta condición, la viscosidad, η , reportada en el certificado del fluido de referencia no coincide con la viscosidad compleja $\eta^* = G^*/10\text{rad/s}$ determinada a partir de la medida.
- C.2.1.6** Las burbujas en el fluido tendrán un efecto dramático en el valor medido de G^* . El fluido en la botella debe estar libre de burbujas y se debe tener cuidado para no introducir burbujas cuando se estén preparando los especímenes de ensayo.

C.3 *Cálculo de G^* a partir de la viscosidad medida bajo condiciones constantes:*

- C.3.1** Para hacer conversiones entre viscosidad dinámica y viscosidad en condiciones constantes de los polímeros, el método más popular y exitoso es la llamada regla empírica Cox–Merz. La regla conduce, en términos simplificados, a la siguiente aproximación:

$$G^*/\omega \sim \eta$$

[750.3]

Donde: G^* : Módulo complejo;

ω : Frecuencia angular en rad/s;

η : Viscosidad capilar independiente de la rata de corte, como es reportado por el proveedor del fluido de referencia.

C.3.2 Para aplicar esta regla, las medidas deben estar en la región viscosa, donde el ángulo de fase se aproxima a 90°. El valor del módulo complejo es, entonces, simplemente 10 veces el valor de la viscosidad capilar. Por ejemplo, si la viscosidad capilar es 270 000 mPa·s el módulo complejo es:

$$G^*, \text{ kPa} \sim (270\,000 \text{ mPa}\cdot\text{s})(1 \text{ kPa}/1\,000\,000 \text{ mPa}) (10 \text{ rad/s}) = 2.70 \text{ kPa}\cdot\text{rad}$$

C.3.3 El fluido de referencia se comporta como un fluido viscoso a 64° C y más, y suministra estimativos muy exactos de G^* por encima de 64° C. A temperaturas por debajo de 58° C, el fluido da valores incorrectos de G^* , y el error aumenta a medida que la temperatura se aleja de 64° C. A 64° C y por encima, G^* dividido por la frecuencia en rad/s no debe tener más de 3 % de diferencia en relación con la viscosidad impresa en la etiqueta de la botella. Si se obtiene una diferencia mayor, entonces la calibración del torque se deberá considerar sospechosa.

C.4 *Métodos para transferir el fluido a los platos de ensayo*

C.4.1 Se recomiendan tres métodos para transferir el fluido a los platos de la prueba: El método de varilla de vidrio (numeral C.4.2), el método de la espátula (numeral C.4.3), y un método directo donde un plato de prueba removible está en contacto directo con el fluido en la botella (numeral C.4.4).

C.4.2 *Método de la varilla de vidrio (Figura 750C - 1)* – En este método, se inserta una varilla de vidrio en el fluido y se hace rotar (Paso 1). Se continúa girando la varilla, y se tira despacio del fluido (Paso 2) arrastrando una masa pequeña del fluido con la varilla. Se lleva la masa al plato (Paso 3) para transferir el fluido a éste. Ver Figura 750C - 1.



Figura 750C - 1. Usando una varilla de vidrio para colocar el fluido de referencia en el plato

C.4.3 *Método de la espátula (Figura 750C - 2)* – Siempre y cuando se use cuidadosamente, se puede emplear una espátula para transferir el fluido. Como cuidado especial, se debe evitar atrapar aire cuando se extrae el fluido de la botella (Paso 1). Se unta la masa de la espátula sobre el plato (Paso 2) y se corta la masa delineando a través de los bordes del plato (Paso 3). Este método parece ser el más difícil de llevar a cabo y es el menos recomendado de los tres.



Figura 750C - 2. Usando una espátula para colocar el fluido de referencia en el plato

C.4.4 *Método del toque directo (Figura 750C - 3)* – Si el reómetro está equipado con platos que se pueden quitar y reinstalar sin afectar la separación de referencia, se quita uno de ellos y se toca la superficie del plato con la superficie del fluido en la botella (Paso 1). Se retira el plato de la botella, mientras se trae una masa del fluido junto con el

plato (Paso 2). Se invierte el plato y se permite que el fluido fluya de afuera hacia adentro en forma de hongo (Paso 3).

- C.4.5** Se procede inmediatamente como se indica en el numeral 9.5, se arregla la probeta del fluido de referencia y se forma la saliente.
- C.4.6** Se ensaya el espécimen del fluido de referencia, como se describe en la Sección 10.



Figura 750C - 3. Método del toque directo para colocar el fluido de referencia en el plato

ANEXO D

SELECCIÓN DEL CIERRE DE LA SEPARACIÓN PARA OBTENER LA SALIENTE

D.1 Necesidad de medir con exactitud el diámetro del espécimen:

- D.1.1** La exactitud de las medidas de DSR depende de la exactitud en la medida del diámetro del espécimen de ensayo. El diámetro del espécimen se asume igual al diámetro de los platos de prueba. Por esta razón, el recorte del exceso de ligante asfáltico y el último cierre de la separación para producir una leve saliente en el espécimen de ensayo son pasos críticos en el procedimiento de ensayo del DSR. Cuando la separación es cerrada a su dimensión final, la saliente debe ser de tamaño suficiente para compensar cualquier contracción del ligante y evitar así una superficie cóncava como la mostrada en la Figura 750D -

1. El diámetro de la probeta del espécimen en la Figura 750D - 1 se acerca a “d” más que a “d’”, el diámetro del plato. El módulo, G^* , se calcula de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$|G^*| = \left[\frac{2h}{\pi r^4} \right] \times \left[\frac{\tau}{\theta} \right] \quad [750.4]$$

Donde: G^* : Módulo complejo;

τ : Torque aplicado al espécimen de ensayo;

h: Espesor del espécimen de ensayo;

θ : Rotación angular, rad;

r: Radio del plato de ensayo.

D.1.2 Según la ecuación anterior, el módulo depende del radio (o diámetro) elevado a la cuarta potencia. Por consiguiente, una concavidad pequeña en la superficie exterior del espécimen de la prueba, como la mostrada en la Figura 750D - 1, tendrá gran efecto sobre el módulo medido, porque el diámetro real de la probeta será menor que el diámetro del plato. Para una cantidad dada de concavidad, el efecto en el módulo medido es mayor para el plato de 8 mm que para el de 25 mm. Un resultado más deseable es tener una ligera protuberancia como la ilustrada en la Figura 750D - 2. Los esfuerzos de corte no se transfieren directamente del plato al ligante en voladizo; por consiguiente, el efecto de una ligera saliente en el módulo medido es mucho menor que el efecto de una ligera concavidad. Se debe notar que los errores en el diámetro del espécimen de ensayo no afectan los valores medidos del ángulo de fase.

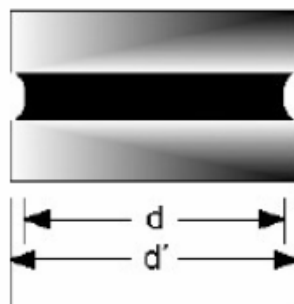


Figura 750D - 1. Superficie cóncava resultante del cierre insuficiente después de recortar la probeta

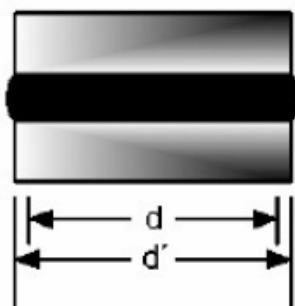


Figura 750D - 2. Saliente apropiada

D.2 *Valores recomendados para el cierre de la separación:*

D.2.1 Los valores recomendados del cierre requerido de la separación para formar a la temperatura de la prueba una saliente similar a la mostrada en la Figura 750D - 2, se presentan en el numeral 9.5, y son 50 μm y 100 μm para los platos de 25 mm y de 8 mm, respectivamente. Aunque estos valores pueden ser apropiados para muchos reómetros, pueden no serlo para todos. La pertinencia de estos valores a un reómetro específico se puede determinar preparando un espécimen de ensayo utilizando el cierre recomendado y observando la forma de la saliente después del cierre final de la separación y después de que el espécimen de ensayo se encuentre a la temperatura de prueba. Si los valores recomendados de cierre no dan lugar a una saliente apropiada, se deberán someter a ajuste. En las Figuras 750D - 3 a 750D - 5, se muestran salientes apropiadas e inadecuadas. Una lupa resulta útil para examinar la forma de la saliente. Independientemente del cierre requerido para producir una saliente deseable, en los cálculos se deberá utilizar la separación real.

D.3 *Factores que afectan el desarrollo de la saliente:*

D.3.1 Varios factores pueden afectar la formación de la saliente a la temperatura de prueba. Éstos incluyen: (1) el valor del cierre usado para crear la saliente; (2) la diferencia entre la temperatura de recorte, la temperatura a la cual se crea la saliente y la temperatura de ensayo; (3) las características de expansión y contracción térmica del reómetro; (4) la contracción y la expansión térmica del ligante asfáltico.

D.3.2 Una superficie cóncava es más probable que se forme a las temperaturas intermedias que a temperaturas mayores de prueba (en el plato de 8 mm más que en el plato de 25 mm). En efecto, a las

mayores temperaturas de ensayo el material en exceso se puede escurrir de los platos como se muestra en la Figura 750D - 5. Esta situación también se debe evitar y se pueden requerir valores de cierre de la separación algo menores a los valores recomendados.



Figura 750D - 3. Tamaño adecuado de saliente



Figura 750D - 4. Saliente cóncava



Figura 750D - 5. Saliente excesiva

ANEXO E

DETERMINACIÓN DEL TIEMPO PARA ALCANZAR EL EQUILIBRIO TÉRMICO

E.1 *Motivo para determinar este tiempo:*

E.1.1 Luego de montado el espécimen de ensayo en el DSR, le toma algún tiempo al ligante asfáltico que se encuentra entre los platos alcanzar el equilibrio térmico. Debido a la existencia de gradientes térmicos entre los elementos de ensayo y el espécimen, le puede tardar más tiempo al espécimen en alcanzar el equilibrio térmico que el indicado por el termómetro del DSR. Por lo tanto, es necesario determinar experimentalmente el tiempo que necesita el espécimen para alcanzar el equilibrio térmico.

E.1.2 El tiempo requerido para obtener el equilibrio térmico varía según el tipo de reómetro. Entre los factores que lo pueden afectar, se encuentran los siguientes: (1) diseño del reómetro y si se usa aire o líquido como medio para calentamiento y enfriamiento; (2) diferencia entre la temperatura ambiente y la de ensayo; (3) diferencia entre la temperatura de recorte de la muestra y la de ensayo; y (4) tamaño del plato (8 mm o 25 mm).

E.1.3 No es posible especificar un solo tiempo como tiempo requerido para obtener el equilibrio térmico. Por ejemplo, el equilibrio se alcanza con mayor rapidez en reómetros controlados con líquido que en los que son enfriados con aire. Esto requiere que el tiempo necesario para alcanzar el equilibrio térmico sea establecido para cada reómetro de manera individual, para las temperaturas típicas de recorte y ensayo y para las condiciones mismas de la prueba.

E.2 *Método para determinar el tiempo requerido para alcanzar el equilibrio térmico:*

E.2.1 Un estimativo confiable del tiempo requerido para alcanzar el equilibrio térmico se puede obtener monitoreando la temperatura del DSR y el módulo complejo de una muestra montada entre los platos de ensayo. Debido a que el módulo es altamente sensible a la temperatura, éste es un excelente indicador del equilibrio térmico. Se

recomienda el siguiente procedimiento para determinar el tiempo para alcanzar el equilibrio.

- E.2.1.1** Se monta una muestra de ligante en el DSR y se recorta de la manera usual. Se crea una saliente y se llevan la cámara de ensayo o el fluido a la temperatura de ensayo.
 - E.2.1.2** Se opera el reómetro de manera continua a 10 rad/s usando un ligante asfáltico sin modificar (uno que no cambie de módulo con el corte repetido). Se debe usar el menor valor de deformación que brinde una buena resolución en la medición.
 - E.2.1.3** Se registra el módulo a intervalos de 30 segundos y se elabora un dibujo que lo relacione con el tiempo (Figura 750 - 4).
 - E.2.1.4** El tiempo requerido para alcanzar el equilibrio térmico es el necesario para alcanzar un módulo constante. Típicamente, este tiempo será mayor que el requerido para alcanzar una lectura constante en el termómetro del DSR.
- E.2.2** Debido a que el tiempo requerido para alcanzar el equilibrio térmico variará con la temperatura y las condiciones del ensayo, este tiempo se deberá establecer de manera separada para las medidas a las temperaturas medias y elevadas. Una vez establecido el tiempo para alcanzar el equilibrio térmico, el procedimiento no se deberá repetir a menos que cambien las condiciones de ensayo.