

ENSAYO DE LA MANCHA SOBRE MATERIALES ASFÁLTICOS

INV E – 737 – 13

1 OBJETO

- 1.1** Este método de ensayo es aplicable únicamente a productos asfálticos derivados del petróleo y no se debe aplicar a asfaltos naturales que contengan materias no bituminosas insolubles en xileno.
- 1.2** A los materiales que mediante el uso del solvente normal clasifican como positivos, se les puede determinar su grado de positividad por medio del “equivalente de xileno”. El equivalente de xileno será el menor porcentaje por volumen de xileno en un solvente compuesto por xileno y nafta normal o por xileno y heptano normal, como se especifique, el cual produce una “mancha negativa” para el material en cuestión. Estos se conocen como “equivalente nafta-xileno” y “equivalente heptano-xileno”, respectivamente. El porcentaje de xileno en los solventes se va agregando en incrementos de 5 % respecto del volumen de la mezcla. Si no se especifica un equivalente de xileno, sólo se deberá usar nafta normal.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

- 2.1** El ensayo de la mancha es una forma de cromatografía de papel. Se suelta sobre un papel de filtro una pequeña gota de cemento asfáltico preparada bajo condiciones normalizadas. Si la mancha que se forma es de un color marrón uniforme, el resultado del ensayo es negativo. Si la mancha es marrón con un centro mucho más oscuro, el resultado es positivo.

3 IMPORTANCIA Y USO

- 3.1** El ensayo se usa para determinar si el cemento asfáltico ha sufrido sobrecalentamiento durante su elaboración. El sobrecalentamiento quiebra las moléculas y el cemento asfáltico resultante es menos dúctil y más susceptible a los efectos del envejecimiento.

4 MATERIALES

- 4.1 La nafta normal es el producto del primer destilado libre de cualquier clase de productos craqueados y debe cumplir los siguientes requisitos:

| | |
|-----------------------------|-------------------------------|
| GRAVEDAD A.P.I. | 49 – 50 |
| DESTILACIÓN: | |
| PUNTO DE EBULLICIÓN INICIAL | Por encima de 149° C (300° F) |
| 50 % SOBRE | 168 – 179° C (335 – 355° F) |
| PUNTO FINAL | Bajo 210° C (410° F) |
| NÚMERO DE ANILINA | 59 a 63° C (138 a 145° F) |

- 4.1.1 El número de anilina del solvente se debe determinar como se establece en la norma ASTM D 611.

- 4.2 Cuando se especifiquen los equivalentes de xileno, el xileno por utilizar deberá ser químicamente puro, con una temperatura de ebullición entre 137 y 140° C (278.6 y 284° F) al ser destilado de acuerdo con la norma AASHTO T 115.

- 4.3 El heptano normal debe cumplir los siguientes requisitos:

| | |
|---|-------------------|
| OCTANAJE | 0.0 ± 0.2 |
| DENSIDAD A 20° C, g/ml | 0.68375 ± 0.00015 |
| ÍNDICE DE REFRACCIÓN, ND; A 20° C | 1.38775 ± 0.00015 |
| PUNTO DE CONGELAMIENTO, °C | - 90.72 mínimo |
| DESTILACIÓN: | |
| 50 % RECUPERADO, °C | 98.43 ± 0.05 |
| INCREMENTO DESDE 20 HASTA 80% DE RECUPERACIÓN, °C | 0.20 máximo |

5 EQUIPO

- 5.1 *Frasco volumétrico* – De 50 ml de capacidad, de cualquiera de los dos modelos siguientes: Florence de boca ancha y fondo plano o Soxhlet de aproximadamente 45 mm (1 ¾") de diámetro por 60 mm (2 3/8") de alto.
- 5.2 *Tapón de corcho para frasco* – Provisto con un tubo de vidrio de 200 mm (8") de largo por 6 mm (¼") de diámetro.
- 5.3 *Papel de filtro* – Whatman No. 50, de 70 mm de diámetro.

- 5.4 Placa de vidrio** – Una placa de vidrio lisa y transparente. Se deberá limpiar primero con benceno o tetracloruro de carbono y lavar luego con agua y jabón. En seguida se seca frotando con un paño, se limpia con un producto limpiador de vidrio, se seca de nuevo frotando y se deja libre de polvo y pelusa. Después de este tratamiento de limpieza, si se aplica una gota de la mezcla de asfalto sobre el vidrio, debería fluir hasta formar una mancha elíptica. Si la mancha es dentada o de borde irregular, se debe limpiar de nuevo la placa de vidrio con el líquido limpiavidrios hasta que la gota de asfalto fluya apropiadamente como se describió antes.
- 5.5 Pipeta o bureta** – Con graduaciones cada 0.1 ml.
- 5.6 Termómetro** – Tipo ASTM 64C o 64F, con las siguientes características generales:

| | |
|-------------------|--------------------------|
| RANGO | 25 a 55° C (77 a 131° F) |
| DIVISIONES | 0.1° C (0.2° F) |
| LONGITUD | 379 mm |
| INMERSIÓN | Total |

- 5.7 Balanza** – De capacidad adecuada para las muestras por pesar.

6 MUESTRAS

- 6.1** Para asfaltos sólidos o semisólidos, el ensayo se deberá realizar sobre el material original. Para asfaltos líquidos de curado lento que tengan menos de 15 % de volumen destilado bajo 360° C (680° F), el ensayo se podrá realizar sobre el material original salvo en casos de discusión, cuando se deberá realizar sobre el residuo de la destilación. Para el resto de los asfaltos líquidos, el ensayo se efectuará sobre el residuo del ensayo de destilación (norma INV E-723).

7 PROCEDIMIENTO

- 7.1** Se coloca en el frasco una muestra de 2.00 ± 0.02 g del asfalto a ensayar. Si el producto no fluye fácilmente a temperatura ambiente, se calienta cuidadosamente hasta que la muestra se pueda extender en una película delgada cubriendo el fondo del frasco. Luego se permite el enfriamiento a temperatura ambiente.

- 7.2** Empleando la pipeta o la bureta, se introducen en el frasco 10.2 ml del solvente especificado. Se inserta rápidamente en el cuello del frasco el corcho con el tubo de 200 mm (8") y se le dan vueltas al frasco durante 5 segundos, formado remolinos con un movimiento circular rápido. En seguida, se introduce el frasco hasta su cuello en un baño de agua hirviendo durante 55 segundos (excepto en el caso de que la muestra sea un líquido muy fluido, en el cual el calentamiento es innecesario).
- 7.3** Se retira el frasco del baño y se gira durante 5 segundos, se introduce de nuevo en el baño por 55 segundos, repitiendo el proceso cada minuto hasta obtener la dispersión completa, lo que se juzga inclinándolo el frasco y girándolo.
- 7.4** Luego de alcanzar la dispersión completa, se hace descender el tubo de vidrio bajo el nivel de la solución y se permite el enfriamiento del frasco a temperatura ambiente durante 30 minutos.
- 7.5** La mezcla de solvente y asfalto se calienta durante 15 minutos en un baño de agua mantenido a $32.0 \pm 0.5^\circ \text{C}$ ($89.6 \pm 1.0^\circ \text{F}$). Después, la mezcla se agita completamente con una varilla de vidrio limpia y con ésta se deja caer una gota de la mezcla caliente sobre el papel de filtro Whatman No. 50.
- 7.6** Pasados 5 minutos, se examina la mancha sosteniendo el papel con el brazo estirado y con su plano aproximadamente perpendicular a la línea de visión, con una buena fuente de luz (preferiblemente luz diurna difusa) a espaldas del observador. Si la gota forma una mancha circular marrón o amarillo-marrón con un núcleo sólido o anular más oscuro en el centro, el ensayo se reporta como positivo (Figura 737 - 1).
- 7.7** Si la gota forma una mancha circular uniforme de color marrón, el resultado se deberá reservar y la mezcla de solvente y asfalto se deja a un lado en el frasco bien tapado a temperatura ambiente bajo luz tenue, para ser reensayada 24 horas después del primer examen. Entonces, se calienta la mezcla a $32.0 \pm 0.5^\circ \text{C}$ ($89.6 \pm 1.0^\circ \text{F}$) durante 15 minutos como en el numeral 5.5 y se agita vigorosamente hasta obtener la uniformidad, luego de lo cual se coloca nuevamente una gota sobre un papel de filtro. Si la gota de 24 horas aun forma una mancha circular uniforme de color marrón, el ensayo se reporta como negativo (Figura 737 - 1); pero si se forma en el centro de la mancha un núcleo sólido o anular más oscuro, como se describió en el numeral 5.6, el resultado del ensayo se reportará como positivo.

8 PROCEDIMIENTO EN CASOS DE DISCUSIÓN

- 8.1** En caso de discusión, el ensayo se deberá repetir. Cualquier pérdida en la masa del solvente durante la dispersión deberá ser repuesta con solvente adicional y el frasco, después de la dispersión completa, se debe mantener bajo luz tenue a $25.0 \pm 1.7^\circ \text{C}$ ($77 \pm 3^\circ \text{F}$) durante 24 horas. Cumplido este plazo, se calienta la mezcla durante 15 minutos a $32.0 \pm 0.5^\circ \text{C}$ ($89.6 \pm 1.0^\circ \text{F}$) y luego se colocan sendas gotas de la mezcla solvente-asfalto sobre el papel de filtro y la placa de vidrio. Si la apariencia de la gota sobre el papel de filtro, hecha con la mezcla fresca o con la de 24 horas sigue en discusión, entonces el ensayo que se realice sobre la placa de vidrio como se describe en seguida, será el definitivo.
- 8.2** Se coloca la gota de mezcla de 24 horas sobre la placa de vidrio mantenida en un ángulo de 45 grados con la horizontal. Si a medida que la gota fluye, desarrolla en el centro de su trayectoria una línea oscura enmarañada, el borde de la cual está bien definido contra el suave, claro y brillante color marrón de la zona exterior cuando el vidrio se examina mediante la luz reflejada contra un fondo oscuro, el ensayo se deberá reportar como positivo.
- 8.3** Si la gota de la mezcla de 24 horas fluye en una película marrón uniforme, clara y brillante, sin la línea central descrita en el numeral anterior, el ensayo se informará como negativo.



Figura 737 - 1. Resultados del ensayo de la mancha

9 EQUIVALENTE DE XILENO

- 9.1** El método usado en el ensayo de “equivalentes de xileno” es el mismo especificado antes, excepto que el solvente deberá estar compuesto por xileno y nafta normal o por xileno y heptano normal, según se especifique.
- 9.2** Para determinar el equivalente de xileno, se deben dispersar dos o más muestras del asfalto en la mezcla prescrita de solvente. El porcentaje de xileno

se hace variar mediante incrementos sucesivos de 5 % en volumen hasta encontrar dos soluciones con asfalto, una que presente mancha positiva y la siguiente (en la cual el solvente contiene 5 % más de xileno) con mancha negativa. El equivalente de xileno se reporta entonces mencionando su porcentaje en los dos solventes usados en estas dos soluciones, por ejemplo “equivalente de nafta-xileno 10–15 %” o “equivalente de heptano-xileno 20–25 %”, según sea el caso.

- 9.3** Cuando la aceptación de un material asfáltico se basa en el equivalente de xileno especificado, no es necesario determinar con exactitud el menor porcentaje de xileno que produce una mancha negativa. La muestra se puede ensayar con un solvente compuesto de los porcentajes especificados de xileno y nafta normal o de xileno y heptano normal, según se requiera, y cualquier material que muestre mancha negativa para este solvente se informará como menor que el equivalente de xileno particular que ha sido designado; por ejemplo, “equivalente de nafta-xileno menor de 20 %” o equivalente de heptano-xileno menor de 25 %”.

10 NORMAS DE REFERENCIA

AASHTO T-102-83 (2004)