

**MODIFICACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE LOS
LIGANTES ASFÁLTICOS PARA ASFALTOS DE ALTO MÓDULO CON
ADITIVOS ESPECIALES**



**CORPORACIÓN PARA LA INVESTIGACIÓN
Y DESARROLLO EN ASFALTOS EN EL
SECTOR TRANSPORTE E INDUSTRIAL**



NUBDALY PAOLA BUITRAGO LÓPEZ

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2009

**MODIFICACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE LOS
LIGANTES ASFÁLTICOS PARA ASFALTOS DE ALTO MÓDULO CON
ADITIVOS ESPECIALES**

NUBDALY PAOLA BUITRAGO LÓPEZ

**Proyecto de Grado presentado como requisito para optar el título de
Ingeniera Química**

Director

**Ing. PhD. RAMIRO MARTINEZ REY
Director Escuela de Ingeniería Química**

Tutor

**Ing. PhD. LARISSA CHIMAN
Investigadora Master de CORASFALTOS**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2009

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	1
1. OBJETIVOS	2
1.1. OBJETIVO GENERAL	2
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	2
2. MARCO TEÓRICO	2
2.1. CEMENTO ASFÁLTICO DE ALTO MÓDULO	3
2.2. GILSONITA	6
2.3. ÁCIDO POLIFOSFÓRICO	6
3. SECCIÓN EXPERIMENTAL	7
3.1. IDENTIFICACIÓN DE MATERIALES	7
3.1.1. Caracterización físico-química del asfalto base	7
3.1.2. Identificación de la Gilsonita	9
3.1.3. Identificación del Ácido Polifosfórico	9
3.2. MÉTODO DE MODIFICACIÓN DE ASFALTO CON GILSONITA Y ÁCIDO POLIFOSFÓRICO A NIVEL DE LABORATORIO	9
3.3. OBTENCIÓN DE LOS PORCENTAJES Y EL TIEMPO OPTIMOS	10
4. RESULTADOS	13
4.1. ETAPA I: MODIFICACIONES DE ASFALTO CON GILSONITA, MANTENIENDO CONSTANTE EL PORCENTAJE DE ÁCIDO POLIFOSFÓRICO	14
4.2. ETAPA II: MODIFICACIONES DE ASFALTO CON APP, MANTENIENDO CONSTANTE EL PORCENTAJE DE GILSONITA	16
4.3. ETAPA III: MODIFICACIONES DE ASFALTO CON LOS PORCENTAJES ÓPTIMOS DE GILSONITA Y APP A DIFERENTES TIEMPOS DE MODIFICACIÓN.	17
4.4. REPETIBILIDAD DE DOS MODIFICACIONES DE ASFALTO	20
4.5. ETAPA DE SELECCIÓN	24

5. CONCLUSIONES	27
BIBLIOGRAFÍA	28
ANEXOS	29

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Esquema del montaje de la modificación	10
Figura 2. Estructura porfirínica	34
Figura 3. Producción del APP desde los métodos de (a) deshidratación y (b) dispersión. N es un número entero	35
Figura 4. Estructura química del APP	37
Figura 5. Ciertos componentes aromáticos del asfalto	38
Figura 6. Posibles reacciones de parejas de indol (A) con sus cationes (B, C)	39
Figura 7. Análisis mecanístico de la transformación de indol en aductos de PPA a través de la fosforilación sucesiva. El anión PPA se escribe como PPAO ⁻	40
Figura 8. Microestructuras de los asfaltos: (a) Saudi original, (b) Saudi modificado con APP, (c) Venezolano original y (d) Venezolano modificado con APP	41

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Características de los asfaltos duros de Francia	3
Tabla 2. Características reológicas del asfalto 35/50 y siete asfaltos 10/20	4
Tabla 3. Especificaciones Colombianas y Francesas para asfalto de alto módulo	5
Tabla 4. Resultados propiedades físico-químicas	7
Tabla 5. Composición química del asfalto original	8
Tabla 6. Resultados de propiedades reológicas del asfalto base	8
Tabla 7. Características físico-químicas de la gilsonita (10)	9
Tabla 8. Porcentajes y tiempos de reacción empleados en las modificaciones de asfalto	12
Tabla 9. Datos de los porcentajes de cada una de las modificaciones, penetración y punto ablandamiento	14
Tabla 10. Datos de los porcentajes de cada una de las modificaciones, penetración y punto ablandamiento	16
Tabla 11. Identificación de los porcentajes de cada una de las modificaciones	17
Tabla 12. Comparación de datos de la penetración y punto ablandamiento entre los asfaltos modificados 6 y 9	18
Tabla 13. Comparación de la composición química de los asfaltos modificados 6 y 9	18
Tabla 14. Comparación de datos de la penetración y punto ablandamiento entre los asfaltos modificados 2 y 10	19
Tabla 15. Comparación de la composición química de los asfaltos modificados 2 y 10	19
Tabla 16. Datos de la penetración y punto ablandamiento, especificando el tiempo de reacción de cada uno de los modificadores	20
Tabla 17. Composición química de los asfaltos modificados	20
Tabla 18. Datos de la penetración y punto ablandamiento, especificando el tiempo de reacción de cada uno de los modificadores	21

Tabla 19. Composición química de los asfaltos modificados	21
Tabla 20. Datos de la penetración y punto ablandamiento, especificando el tiempo de reacción de cada uno de los modificadores	22
Tabla 21. Composición química de los asfaltos modificados	22
Tabla 22. Resultados del DSR para el asfalto 5,5 % Gilsonita pura	23
Tabla 23. Identificación de los porcentajes de cada una de las modificaciones	24
Tabla 24. Caracterización físico-química de los asfaltos seleccionado I y II	24
Tabla 25. Composición química de los asfaltos seleccionado I y II	25
Tabla 26. Grados y designaciones de ácidos fosfóricos (AP)	36
Tabla 27. Datos de la curva reológica del asfalto original	42
Tabla 28. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 1	42
Tabla 29. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 2	43
Tabla 30. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 3	44
Tabla 31. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 4	45
Tabla 32. Composición química de los asfaltos modificados	46
Tabla 33. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 5	47
Tabla 34. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 6	48
Tabla 35. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 8	48
Tabla 36. Composición química de los asfaltos modificados	49
Tabla 37. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 9	50
Tabla 38. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 10	51
Tabla 39. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 6 – repetibilidad	52
Tabla 40. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 9 – repetibilidad	53
Tabla 41. Datos de la curva reológica del asfalto modificado con 5,5% de gilsonita pura	54
Tabla 42. Datos de la curva reológica del asfalto modificado con 5,5% de gilsonita impura	55
Tabla 43. Datos de la curva reológica del asfalto modificado seleccionado I	56
Tabla 44. Datos de la curva reológica del asfalto modificado seleccionado II	57

LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
Gráfica 1. Módulos complejos para diferentes asfaltos	3
Gráfica 2. Variación del ángulo de fase con temperatura bajo una frecuencia 7.8 Hz para diferentes asfaltos	4
Gráfica 3. Curva reológica del asfalto original	8
Gráfica 4. Curvas reológicas de los asfaltos modificados en la etapa I	14
Gráfica 5. Composición química de asfaltos modificados con 0,5 % de APP	15
Gráfica 6. Curvas reológicas de los asfaltos modificados en la etapa II	16
Gráfica 7. Composición química de asfaltos modificados con 5 % de gilsonita	17
Gráfica 8. Comparación de curvas reológicas de las asfaltos 6 y 9	18
Gráfica 9. Comparación de curvas reológicas de las asfaltos 2 y 10	19
Gráfica 10. Curvas reológicas de la repetibilidad del asfalto modificado 6	20
Gráfica 11. Curvas reológicas de la repetibilidad del asfalto modificado 9	21
Gráfica 12. Curvas reológicas de los modificados con 5,5% de gilsonita	23
Gráfica 13. Curvas reológicas de los asfaltos modificados seleccionado I y II	25
Gráfica 14. Distribución de la longitud de las cadenas para tres grados de APP	36
Gráfica 15. Curva reológica del asfalto modificado 1	43
Gráfica 16. Curva reológica del asfalto modificado 2	44
Gráfica 17. Curva reológica del asfalto modificado 3	45
Gráfica 18. Curva reológica del asfalto modificado 4	46
Gráfica 19. Curva reológica del asfalto modificado 5	47
Gráfica 20. Curva reológica del asfalto modificado 6	48
Gráfica 21. Curva reológica del asfalto modificado 8	49
Gráfica 22. Curva reológica del asfalto modificado 9	50
Gráfica 23. Curva reológica del asfalto modificado 10	51
Gráfica 24. Curva reológica del asfalto modificado 6 - REPETIBILIDAD	52
Gráfica 25. Curva reológica del asfalto modificado 9 - REPETIBILIDAD	53

Gráfica 26. Curva reológica del asfalto modificado con 5,5% de gilsonita pura	54
Gráfica 27. Curva reológica del asfalto modificado con 5,5% de gilsonita impura	55
Gráfica 28. Curva reológica del asfalto modificado seleccionado I	56
Gráfica 29. Curva reológica del asfalto modificado seleccionado II	57

LISTA DE ANEXOS

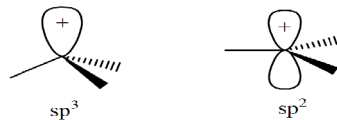
	pág.
Anexo 1. Información sobre CORASFALTOS	30
Anexo 2. Información general de los modificadores empleados	32
Anexo 3. Otros resultados de ensayos realizados a los asfaltos modificados	42
Anexo 4. Fotografías de modificaciones de asfalto y diferentes ensayos realizados para la caracterización del asfalto modificado	58

GLOSARIO

ASFALTENOS: fracción de hidrocarburos de alto peso molecular en el asfalto que se precipita mediante un solvente parafínico de nafta.

BITUMEN: sustancia cementante, color oscuro, sólida, semi-sólida o viscosa, que aparecen en la naturaleza o se obtienen en el procesamiento del petróleo, compuesta principalmente de hidrocarburos de alto peso molecular.

CARBOCATION: los carbocationes son intermediarios orgánicos en los que el carbono está cargado positivamente. Son posibles dos estructuras para un carbocatión trivalente: la forma hibridizada sp^3 piramidal y la forma trigonal plana sp^2 .



CEMENTO ASFÁLTICO: especialmente preparado en cuanto a calidad y consistencia para ser usado directamente en la producción de pavimentos asfálticos.

ELUCIÓN: extracción de un compuesto por dilución.

GRADO DE DESEMPEÑO (PG): rango de temperaturas máximas en las cuales un ligante posee propiedades físicas adecuadas considerando tiempo y magnitud de carga. Se determina mediante el empleo de reómetros de corte dinámico (DSR) y de viga de flexión (BBR). El primero se utiliza para determinar las propiedades viscoelásticas del ligante por medio del cálculo del módulo complejo G^* (cantidad de energía necesaria para deformar el asfalto) y el ángulo de fase δ (indicador de las proporciones de las deformaciones recuperable y no recuperable) cuando la

muestra es sometida a tensiones de corte oscilante. El segundo se usa para obtener las propiedades de rigidez a la fluencia (S) y la velocidad con la cual cambia dicha rigidez, a bajas temperaturas.

HETEROATOMO: átomo que forma parte de la cadena cerrada de un compuesto cíclico a excepción de los átomos de carbono e hidrógeno.

OLIGOMERO: polímero que consiste en un número finito de monómeros.

PORFIRINAS: las porfirinas son el grupo prostético (componente no aminoacídico que forma parte de la estructura de algunas proteínas y que se halla fuertemente unido al resto de la molécula) de las cromoproteínas porfirínicas. Están compuestas por un anillo tetrapirrólico con sustituyentes laterales y un átomo metálico en el centro, unido mediante cuatro enlaces de coordinación.

REACCIÓN NUCLEOFÍLICA: reacciones que tienen lugar con la participación de donadores del par electrónico (agentes nucleofílicos) e incluyen la sustitución nucleofílica (S_N) y la adición nucleofílica (Ad_N). Los agentes nucleofílicos son especies que poseen pares de electrones para donar: aniones y moléculas neutras.

REACCIÓN ELECTROFÍLICA: reacciones que ocurren con la participación de aceptores del par electrónico (agentes electrofílicos) e incluyen la sustitución electrofílica (S_E) y la adición electrofílica (Ad_E). Los agentes electrofílicos son especies capaces de aceptar electrones (catión)

TAUTOMERIZACIÓN: fenómeno que se produce en las reacciones orgánicas cuando un producto formado reordena sus átomos formando un segundo producto, esto ocurre generalmente cuando el primer producto formado es inestable.

RESUMEN

TÍTULO: MODIFICACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE LOS LIGANTES ASFÁLTICOS PARA ASFALTOS DE ALTO MÓDULO CON ADITIVOS ESPECIALES.*

AUTOR: Nubdaly Paola Buitrago López ♦

PALABRAS CLAVES: Ligante asfáltico, gilsonita, ácido polifosfórico, asfalto modificado, alto módulo.

Ligante asfáltico de baja penetración obtenido por medio de la modificación de asfalto 30/40, fue exclusivamente producido por la Empresa Colombiana de Petróleos (ECOPETROL S.A) – Gerencia Refinería Barrancabermeja (GRB) para CORASFALTOS, empleando como modificadores gilsonita y ácido polifosfórico. En este proyecto, el ligante asfáltico de alto módulo se evaluó para demostrar la viabilidad del uso de gilsonita con cierto porcentaje de material mineral, es decir, sin recibir tratamiento de refinación previo a su uso, y así facilitar el proceso de modificación de asfalto en planta empleando un recurso natural del país.

De esta forma, se investigó la combinación de estos modificadores para la obtención de un ligante asfáltico de alto módulo, los cuales tuvieran la capacidad de alterar características tales como la consistencia, viscosidad y peso específico, analizando la susceptibilidad térmica y el comportamiento reológico del mismo, además de reducir el tiempo de reacción utilizando las cantidades mínimas posibles de estos dos modificadores.

Para finalizar, se encontraron los porcentajes óptimos de gilsonita y ácido polifosfórico para la obtención de asfalto modificado de alto módulo según las especificaciones tanto Colombianas como Francesas, dadas por el Instituto Nacional de Vías (INVIAS) y el Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), respectivamente. Sin embargo, se halló que el material mineral existente en la gilsonita impide tanto la repetibilidad de los resultados de los ensayos realizados para caracterizar el nuevo asfalto, así como la reproducibilidad de las modificaciones debido a que no se puede asegurar homogeneidad del material. Por consiguiente, se sugiere para realizar modificaciones asfálticas en planta, diseñar e implementar un proceso de purificación y trituración de la gilsonita previo a su uso.

* Proyecto de grado realizado en la Corporación para la investigación y desarrollo en asfaltos en el sector transporte e industrial – CORASFALTOS, Piedecuesta, Colombia.

♦ Facultad de Ingenierías físico-químicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Ing. PhD. Ramiro Martínez Rey. Tutor: Ing. PhD. Larissa Chiman.

ABSTRACT

TITLE: MODIFICATION OF THE ASPHALTIC BINDERS PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES FOR HIGH MODULUS ASPHALTS CONTAINING ESPECIAL ADDITIVES*

AUTHOR: Nubdaly Paola Buitrago López ♦

KEYWORDS: Asphaltic binder, Gilsonite, Polyphosphoric acid, Modified asphalt, High modulus.

Low penetration asphaltic binder is obtained by the modification of asphalt 30/40, which was produced exclusively by the Empresa Colombiana de Petróleos (ECOPETROL S.A) – Gerencia Refinería Barrancabermeja (GRB) for CORASFALTOS, using gilsonite and polyphosphoric acid as modifiers. In this project, the viability of using gilsonite with a certain percentage of mineral material, in other words, without further refination treatment, was performed to facilitate the asphalt modification process in the industry by using a natural resource of our country.

In addition, the combination of these two modifiers was evaluated in order to obtain a high modulus asphaltic binder, which will allow us to tailor several properties such as consistency, viscosity and specific weight, through a thermal susceptibility analysis and a rheological study behavior as well as to reduce the reaction time by using small amounts of these modifiers.

Finally, we found optimal percentages of gilsonite and polyphosphoric acid so as to obtain high modulus of modified asphalt binder based in the Colombian and French specifications, given by the Instituto Nacional de Vías (INVIAS) and the Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), respectively. However, we found that the presence of mineral material in the gilsonite, inhibites the reproducibility of the data obtained from the experiments we performed with the aim of characterize the new asphalt as well as the modifications due to the lack of homogeneity of the material. In conclusion, we suggest to design and install purification and trituration processes for gilsonite before it is used in the modification of the asphalts.

* Project of grade realized in Corporación para la investigación y desarrollo en asfaltos en el sector transporte e industrial – CORASFALTOS, Piedecuesta, Colombia.

♦ Faculty of Physico-chemical Engineerings. School of Chemical Engineering. Director: Ing. Ph.D. Ramiro Martínez Rey. Tutor: Ing. PhD. Larissa Chiman.

INTRODUCCIÓN

El cambio en las exigencias de calidad de la pavimentación y el constante mantenimiento que se le debe realizar a la infraestructura vial colombiana, conllevan a la necesidad de investigar nuevos materiales, criterios y métodos de diseño, dosificación, fabricación, puesta en obra y conservación, para prolongar la vida útil de un pavimento.

Para la producción de asfaltos de alto módulo y alto índice de penetración se utiliza la técnica “air-blowing”, realizada en las refinerías alcanzando penetraciones entre 40 y 70; pero los resultados obtenidos no fueron los esperados, ya que mostró problemas de craqueo de la superficie. Es aquí donde la modificación del asfalto con diversos aditivos juega un papel importante, teniendo en cuenta las características físico-químicas que se deseen mejorar.

En la actualidad, existen diferentes tipos de modificadores poliméricos empleados para la producción de asfaltos de alto módulo, sin embargo los altos costos de producción debidos a los exagerados tiempos de modificación que toman ciertos polímeros en formar sus redes con el asfalto y al elevado precio de las materias primas, hacen que la fabricación de este tipo de cemento asfáltico se realice únicamente en casos muy especiales.

Durante el desarrollo de éste trabajo, veremos la modificación de asfalto 30/40 con gilsonita y ácido polifosfórico, reconocidos en el campo de la creación de nuevos ligantes, que nunca se han encontrado para proporcionar mayores beneficios a un asfalto de alto modulo. Además, se investigará la viabilidad de trabajar la gilsonita con cierto porcentaje de material mineral para facilitar el manejo de ésta materia prima en la fabricación de asfalto de alto módulo a nivel industrial y de esta manera minimizar los costos de producción.

1. OBJETIVOS

1.1. OBJETIVO GENERAL

Determinar un posible método de modificación de ligantes bituminosos de penetración reducida con aditivos especiales tales como gilsonita y ácido polifosfórico, por medio de su caracterización según las especificaciones Colombianas y Francesas para carreteras y así poder recomendar su producción a nivel industrial y uso en mezclas de altos módulos.

1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Cumplir satisfactoriamente con el período establecido para la realización de la práctica empresarial, respetando las cláusulas establecidas en el convenio entre la UIS y CORASFALTOS.
- Alcanzar competencias y habilidades relacionadas con los diferentes métodos de ensayos necesarios para la caracterización de asfaltos según las especificaciones generales de carreteras, implementados por el Instituto Nacional de Vías - INVIAS.
- Adquirir los conocimientos necesarios sobre ligantes asfálticos con énfasis en asfaltos de alto módulo, sus componentes, comportamiento reológico y características físico-químicas.
- Investigar acerca de la gilsonita y el ácido polifosfórico como modificadores asfálticos, sus características, los beneficios que brindan al asfalto modificado y sus técnicas de reacción.
- Aprender los procedimientos referentes a la modificación de asfaltos para obtener ligantes bituminosos de alto módulo con aditivos especiales tales como gilsonita y ácido polifosfórico, para su posterior caracterización y evaluación.
- Registrar en forma clara y ordenada los datos obtenidos de los ensayos en la copia de papel o en el sistema de información respectivo.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. CEMENTO ASFÁLTICO DE ALTO MÓDULO

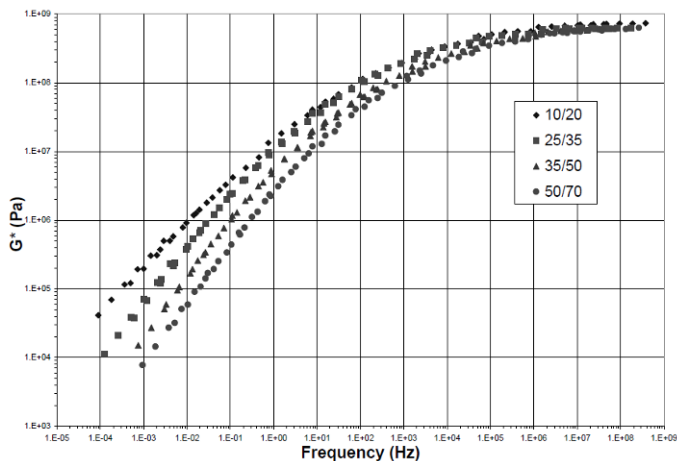
De acuerdo con Jean-François Corté, un asfalto se denomina “asfalto duro” cuando tiene la penetración menor de 25 mm/10 a 25°C (1). Los rangos de asfaltos duros son 15/25, 10/20, 5/10 y 0/10. Los dos últimos rangos están en prueba. Las características de asfaltos mencionados se presentan en la tabla 1.

GRADO	15/25	10/20	5/10
Punto de ablandamiento A&B (°C)	66	62 a 72	87
Índice de penetración Pfeiffer	+0,2	+0,5	+1,0
Viscosidad dinámica a 170°C (mm ² /s)	420	700	980

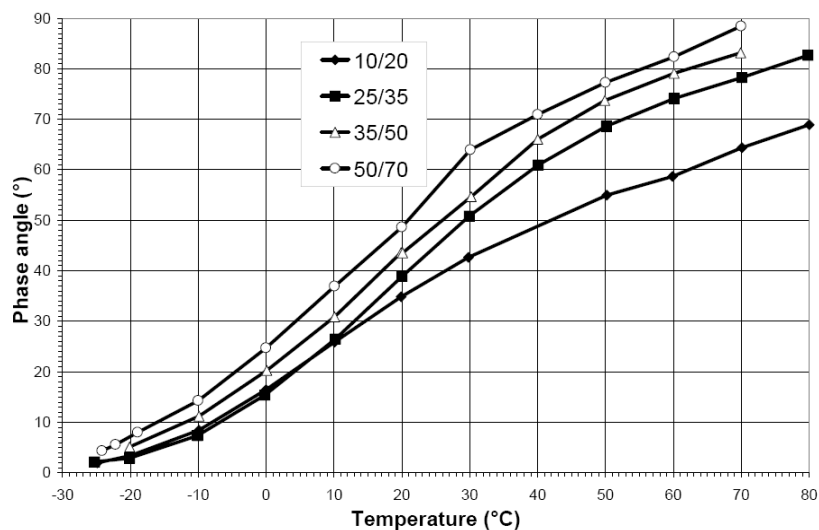
NOTE: IP = índice de penetración.

Tabla 1. Características de los asfaltos duros de Francia

El comportamiento reológico (curvas maestras y ángulo de fase) se presentan en las siguientes figuras comparándolos con un asfalto 50/70.



Gráfica 1. Módulos complejos para diferentes asfaltos



Gráfica 2. Variación del ángulo de fase con temperatura bajo una frecuencia 7.8 Hz para diferentes asfaltos

De los datos presentes se nota el aumento de la resistencia de un ligante frente las deformaciones plásticas con la reducción de su grado.

La tabla 2 reporta las propiedades de un asfalto 35/50 y diferentes asfaltos del grado 10/20.

	35/50	A	B	C	D	E	F	G
$ G^* $ (15°C;10Hz) (MPa)	34,5	53,7	88	88	83,7	71,1	43,7	47,3
$ G^* /\text{sen}\delta$ (60°C;5Hz) (MPa)	0,016	0,131	0,184	0,247	0,122	0,165	0,184	0,103
SR	3,55	4,3	3,64	3,94	3,3	5,8	4,53	4,1
T (°C) pour $G' = G''$	17	28	29	31	24	26	34	25
T (°C) pour G'' max	-10	-10	0	-5	0	-5	-15	-10
$\delta\delta$ (-10°C; 5Hz)	12,2	11,6	7	9,1	6,5	8,3	12,7	11

NOTE: SR= Desviación estándar del espectro de descanso.

Tabla 2. Características reológicas del asfalto 35/50 y siete asfaltos 10/20

Se nota la variación de los módulos y deformación para asfaltos del mismo grado; la temperatura, cuando los módulos viscoso y elástico son iguales, también es

diferente y en todos los casos es mayor para asfaltos duros. Esto identifica la mayor fragilidad de estos asfaltos a las temperaturas bajas.

Por otra parte, según el artículo 400-07, tabla 400.4 de las especificaciones colombianas, el asfalto de alto módulo o tipo V, debe ser empleado en mezclas asfálticas en caliente que correspondan a vías en las que el tránsito de diseño de las obras por construir es superior a $5,0 \times 10^6$, ejes equivalentes de 80 kN en el carril de diseño (2). Sin embargo, el asfalto mencionado se pretende preparar con polímeros, por esta razón, en este trabajo las especificaciones del asfalto tipo V se usan únicamente para comparaciones.

En la tabla 3 se puede observar las especificaciones Colombianas y Francesas (NF EN 12591) que debe cumplir un asfalto del tipo V y un asfalto 20/30, respectivamente.

CARACTERÍSTICAS	UNIDAD	ESPECIFICACIONES COLOMBIANAS (5)		ESPECIFICACIONES FRANCESAS (3)	
		Mín.	Máx.	Mín.	Máx.
		Penetración (25°C, 100 g, 5 s)	0,1 mm	15	40
Punto de ablandamiento con aparato de anillo y bola	°C	65	-	55	63
Ductilidad (5°C, 5 cm/min)	Cm	-	-	-	-
Recuperación elástica por torsión a 25 °C	%	15	-	-	-
Estabilidad al almacenamiento (*). Diferencia en el punto de ablandamiento	°C	-	5	-	-
Contenido de agua	%	-	0,2	-	-
Residuo del ensayo de pérdida por calentamiento en película delgada en movimiento (INV E-720)					
Pérdida de masa	%	-	1	-	2
Penetración del residuo luego de la pérdida por calentamiento en película delgada en movimiento, % de la penetración original	%	70	-	55	-
Ductilidad (5°C, 5 cm/min)	cm	-	-	-	-

Tabla 3. Especificaciones Colombianas y Francesas para asfalto de alto módulo

2.2. GILSONITA

Hidrocarburo resinoso natural similar al asfalto proveniente del petróleo y a menudo es llamado asfaltita o asphaltum. La gilsonita es frecuentemente usada para endurecer derivados del petróleo que son de consistencias blandas (4).

Para mayor información referente a este producto, ver Anexo 2, página 32.

2.3. ÁCIDO POLIFOSFÓRICO

El APP es un oligómero de H_3PO_4 . La estructura química de éste consta de 4 átomos de oxígeno unidos a cada átomo de fósforo, se encuentran en una configuración tetraédrica con el fósforo en el centro del tetraedro.

Ver más información sobre el ácido polifosfórico en el Anexo 2, página 34.

3. SECCIÓN EXPERIMENTAL

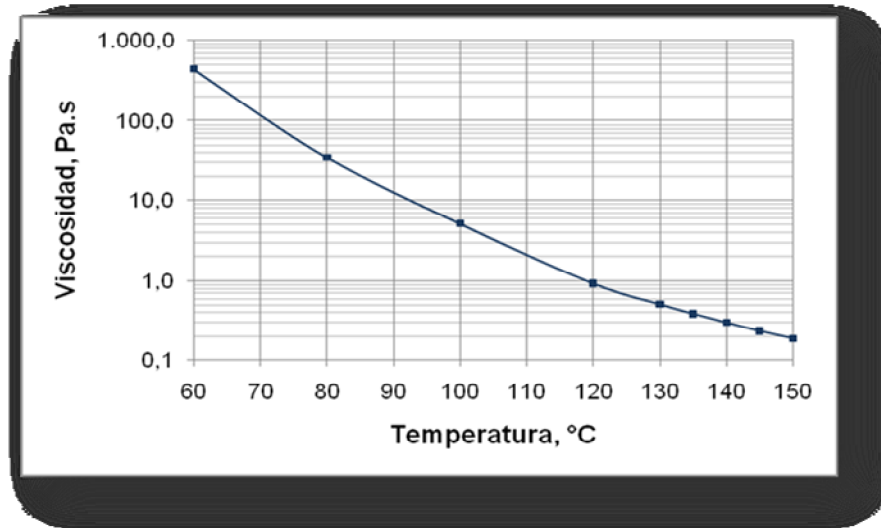
3.1. IDENTIFICACIÓN DE MATERIALES

3.1.1. Caracterización físico-química del asfalto base. El asfalto base 30/40, se produjo especialmente para CORASFALTOS por la Empresa Colombiana de Petróleos (ECOPETROL S.A) – Gerencia Refinería Barrancabermeja (GRB); tuvo punto de salida la torre 2003, el día 11 de Noviembre de 2008 con el nombre de U-2000. Este asfalto se caracterizó teniendo en cuenta las especificaciones para asfalto de grado 30/45 para la pavimentación (5).

A continuación se presentan los valores de las propiedades físico-químicas de dicho asfalto comparados con las especificaciones anteriormente mencionadas, las variaciones que la viscosidad a determinadas temperaturas y los porcentajes de las fracciones de los componentes del asfalto base (6).

PROPIEDAD	VALOR	ESPECIFICACIÓN	
		Mín.	Máx.
Penetración a 25°C, 100 g y 5s (0.1mm)	35,7	30	45
Ductilidad a 25°C y 5 cm/s (cm)	> 150	-	-
Punto de ablandamiento (°C)	53,5	52	60
Viscosidad dinámica a 60°C y 300 mmHg (Poises)	4193,728	-	-
Viscosidad cinemática a 135°C (cSt)	498,607	-	-
Contenido de agua (% volumen)	0,0	-	-
Solubilidad en tricloroetileno (% peso)	99,9	-	-
Índice de penetración	-1,07	-	-
Peso específico a 25°C (Adimensional)	1,017	-	-
Pérdida de masa, RTFOT a 163°C y 85min (%peso)	0,132	0	5
Penetración a 25°C, 100g y 5s (0.1mm) al asfalto RTFO	25	-	-
Penetración residual (%)	70,03	53	-

Tabla 4. Resultados propiedades físico-químicas



Gráfica 3. Curva reológica del asfalto original

COMPOSICIÓN, %				IC
Saturados	Aromáticos	Resinas	Asfaltenos	
14,71	31,49	38,11	15,69	0,44

IC = Índice de inestabilidad coloidal=(% Saturados + % Afaltenos)/ (% Aromáticos + % Resinas)

Tabla 5. Composición química del asfalto original

ASFALTO ORIGINAL				
Prueba, Método		Resultados		Especificación
Reómetro de Corte Dinámico (DSR), NTC 5340				
Temperatura (°C)	G* (KPa)	δ (grados)	G*/Sen δ (KPa)	<p>Mínimo 1,0KPa</p>
58	5,664	82,70	5,711	
64	2,539	84,60	2,550	
70	1,159	86,17	1,162	
76	0,565	87,40	0,565	

Tabla 6. Resultados de propiedades reológicas del asfalto base

De acuerdo con los datos de la tabla 6 y los criterios de tecnología SHRP, el factor $G^*/\text{Sen } \delta$ debe ser $\geq 1,0$ kPa, la temperatura máxima del Grado de Desempeño (PG) de éste asfalto 30/40 es de 70°C.

3.1.2. Identificación de la Gilsonita. La gilsonita se extrajo de la región La Tigra, en el municipio de El Playón en el departamento de Santander. Ésta no recibió ningún tratamiento de refinación previo a su utilización, ya que se desea facilitar el uso de este producto a nivel industrial.

NOMBRE DEL ENSAYO	MÉTODO	RESULTADO DEL ENSAYO
Color en masa	-----	Negro
Color en vetas o polvo	-----	Marrón
Solubilidad en Tricloroetileno, %	INV E – 713	80,4
Contenido de agua, %	INV E - 704	0,0
Penetración a 25°C, 100 g y 5 s	INV E – 706	0,0
Ductilidad a 5°C, 5 cm/min	INV E - 702	0,0

Tabla 7. Características físico-químicas de la gilsonita (7)

3.1.3. Identificación del Ácido Polifosfórico. Se trabajó con ácido polifosfórico 105%, el cual contiene 105% de ácido fosfórico como base.

PROPIEDAD	VALOR
Viscosidad a 25°C	700 cP
Punto de ebullición	300 °C
Punto de fusión	16 °C
Densidad a 25 °C	1,9 g/ml

3.2. MÉTODO DE MODIFICACIÓN DE ASFALTO CON GILSONITA Y ÁCIDO POLIFOSFÓRICO A NIVEL DE LABORATORIO

El material asfáltico es calentado en un horno con una precisión de ± 3 °C, agitándolo en cuanto su consistencia lo permita para prevenir los sobrecalentamientos locales, hasta que esté lo suficientemente fluido para verterlo. El calentamiento de la muestra no debe tomar más de 2 horas.

En un recipiente metálico, seco y limpio, transferir la cantidad necesaria de material asfáltico con una precisión de ± 1 mg, ésta cantidad de muestra debe ser

suficiente para realizar posteriormente la caracterización físico-química. Introducir el agitador, seleccionado acorde a la masa de muestra, junto con la termocupla, en el recipiente con muestra fluida. Ensamblar las partes como se muestra en la figura 1. Calentar la muestra hasta la temperatura de $170^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, y fijar una velocidad de agitación de tal forma que se produzca un pequeño vórtice. Una vez la temperatura ha sido establecida, agregar la cantidad de gilsonita y cronometrar el tiempo de reacción según las condiciones de la modificación a realizar. Transcurrido el tiempo de reacción de la gilsonita, agregar la cantidad necesaria de ácido polifosfórico y cronometrar el tiempo de reacción estipulado para éste.

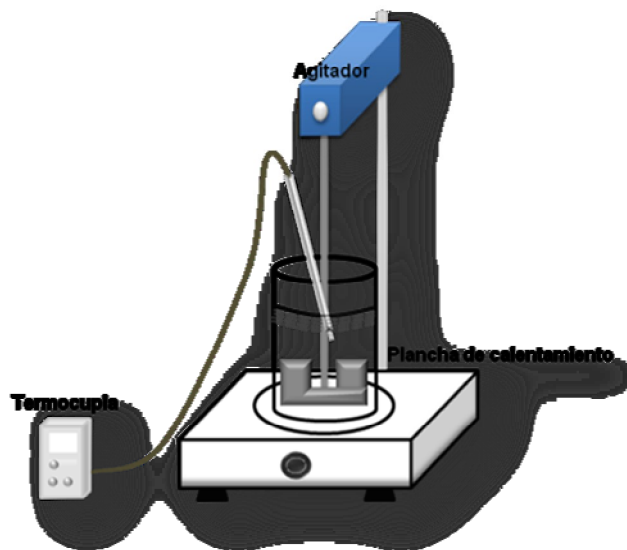


Figura 1. Esquema del montaje de la modificación

3.3. OBTENCIÓN DE LOS PORCENTAJES Y EL TIEMPO ÓPTIMOS

Las modificaciones fueron realizadas manteniendo constante uno de los porcentajes de los aditivos y el tiempo, inicialmente se varió el porcentaje de gilsonita (Etapa I); seguidamente, se cambió el porcentaje de APP (Etapa II) y finalmente con los porcentajes de gilsonita y APP seleccionados (8), se modificó el tiempo de reacción de cada uno de los aditivos para dos asfaltos modificados, teniendo en cuenta los siguientes aspectos:

- Penetración entre 20 y 30 (0,1 mm), según las especificaciones Colombianas y Francesas para carreteras, para asfalto de alto módulo.
- La curva reológica, hallar las temperaturas de mezclado y compactación, las cuales son cuando la viscosidad se encuentra entre 1,5 P a 1,9 P y 2,5 P a 3,1 P, respectivamente. Estas no deben ser tan altas debido a que dificulta dichos procesos al momento de colocar la mezcla en servicio (9).
- El análisis SARA, observar el cambio en las fracciones asfálticas y prevenir exceso de asfaltenos en el asfalto modificado debida a un porcentaje muy alto de los modificadores.

Cada modificación fue ensayada, según las respectivas normas de métodos de ensayo dadas por el INVIAS y se verificó la composición química del asfalto modificado por medio del método “Determination of saturated, aromatic and polar compounds in petroleum products by thin layer chromatography and flame ionization detection” (IP ST-G-2).

Posteriormente, los valores obtenidos fueron evaluados para seleccionar los porcentajes y tiempos óptimos a trabajar. Una vez obtenidos todos los resultados de cada modificación, se prosigió a la selección de dos modificaciones, las cuales debían cumplir con valores de penetración entre 20 y 30 y punto de ablandamiento \geq a 63 °C (Etapa III). Seguidamente, fueron repetidas ciertas modificaciones para verificar si los resultados de la repetibilidad y reproducibilidad están dentro de la tolerancia dada por la norma para cada método de ensayo; se realizó otra modificación con la cual se empleo gilsonita con y sin material mineral para cuantificar la diferencia que puede producir la presencia de material mineral en la muestra (Etapa de repetibilidad).

Finalmente, valores óptimos de gilsonita, ácido polifosfórico y tiempos de reacción fueron ajustados con el fin de mejorar ciertas propiedades como penetración y punto de ablandamiento; seguidamente, se caracterizó los asfaltos modificados

según las especificaciones Colombianas y Francesas; adicionalmente, se buscó la composición química de éstos (Etapa de selección).

La tabla 8 expone los diferentes porcentajes de Gilsonita y APP y el tiempo de reacción trabajados en cada etapa.

	<i>Gilsonita, %</i>	<i>APP, %</i>	<i>Tiempo, h</i>	
			<i>Con Gilsonita</i>	<i>Con APP</i>
	0,0	0,0	1	2
Etapa I: Modificaciones de asfalto con Gilsonita, manteniendo constante el porcentaje de APP	3,0	0,5	1	2
	5,0	0,5	1	2
	7,0	0,5	1	2
	5,0	0,0	1	2
Etapa II: Modificaciones de asfalto con APP, manteniendo constante el porcentaje de Gilsonita	5,0	0,3	1	2
	5,0	0,8	1	2
	5,0	0,3	0,5	1,5
Etapa III: Modificaciones de asfalto con los porcentajes óptimos de gilsonita y APP a diferentes tiempos de modificación	3,0	0,5	1	3
	5,0	0,3	1	2
Etapa de repetibilidad: Repetibilidad de modificaciones de asfalto	5,0	0,3	0,5	1,5
	5,5	0,5	1	2,5
	5,0	0,55	1	2
Etapa de selección: Modificaciones de asfalto con los porcentajes de Gilsonita y APP y tiempos de reacción óptimos ajustados	4,0	0,5	1	3

Tabla 8. Porcentajes y tiempos de reacción empleados en las modificaciones de asfalto

4. RESULTADOS

Los valores de los ensayos realizados y las condiciones a las cuales se ejecutaron las modificaciones se presentan a continuación.

La temperatura a la cual fueron realizadas las modificaciones de asfalto fue de $170^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, para garantizar suficiente fluidez y homogeneidad del material bituminoso y reacción completa entre los modificadores adicionados y el ligante asfáltico.

El tiempo de reacción, para todas las modificaciones realizadas en las etapas I y II, fue de 3 horas distribuidas de la siguiente manera:

Una vez se adicionó la cantidad respectiva de Gilsonita, se agitó por una hora a una velocidad constante de aproximadamente 530 r.p.m, seguidamente se agregó el ácido polifosfórico permitiendo que éste reaccione con el asfalto por dos horas con la misma velocidad de agitación (10).

Por otra parte, en la Etapa III, se varió los tiempos de reacción de cada una de las modificaciones cuya penetración estuviera entre 20 y 30 y el punto de ablandamiento $\geq 63^{\circ}\text{C}$.

Hay que tener en cuenta que la gilsonita con la cual se trabajó, tiene 80,4% de material hidrocarburo y el 19,6% restante es material mineral, y que los porcentajes mencionados a continuación hacen referencia a gilsonita pura, es decir sin material mineral; por consiguiente, en el momento de hallar la cantidad de gilsonita a agregar, es preciso introducir el valor de la solubilidad en los cálculos.

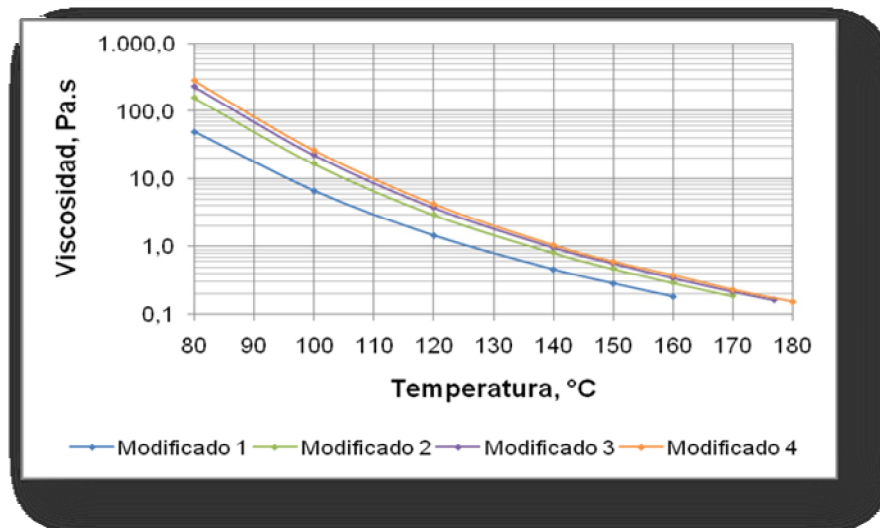
Teniendo en cuenta que el índice de penetración tiene como fundamento, admitir que a la temperatura del punto de ablandamiento anillo y bola la penetración de un cemento asfáltico es de $800 \times 0,1$ mm y que los valores de la penetración en función de la temperatura se representa por una línea recta, si se eligen ordenadas logarítmicas para la penetración, por consiguiente, los asfaltos modificados con gilsonita contaminada con material mineral no representan el

sistema coloidal de un hidrocarburo y por ende a la temperatura de ablandamiento del ligante modificado, la penetración difiere de $800 \times 0,1$ mm (11). Por esta razón, no es conveniente realizar el cálculo del índice de penetración a los asfaltos modificados con gilsonita impura.

4.1. ETAPA I: MODIFICACIONES DE ASFALTO CON GILSONITA, MANTENIENDO CONSTANTE EL PORCENTAJE DE ÁCIDO POLIFOSFÓRICO

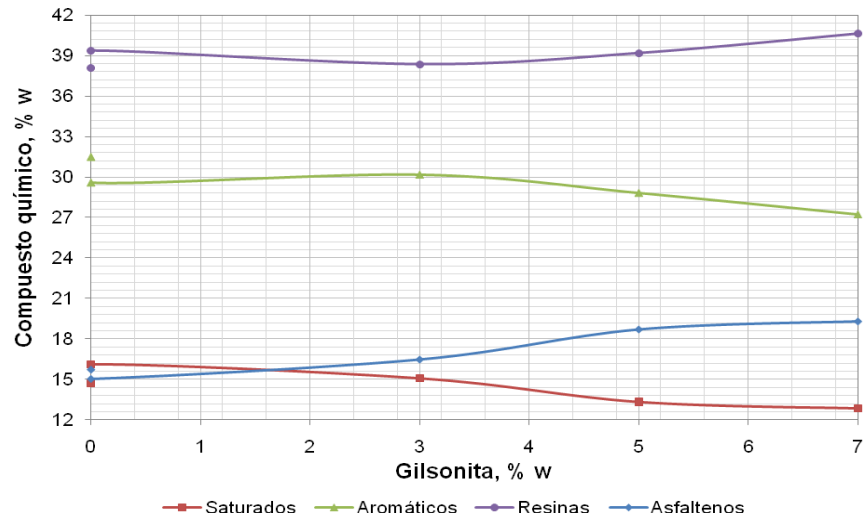
	GILSONITA, %	APP, %	PENETRACIÓN, (1/10)mm, 25°C	PUNTO DE ABLANDAMIENTO, °C
Modificado 1	0,0	0,0	30,7	56,9
Modificado 2	3,0	0,5	26,0	62,3
Modificado 3	5,0	0,5	23,0	64,9
Modificado 4	7,0	0,5	22,0	65,3

Tabla 9. Datos de los porcentajes de cada una de las modificaciones, penetración y punto ablandamiento



Gráfica 4. Curvas reológicas de los asfaltos modificados en la etapa I

La gráfica 4 muestra que a mayor porcentaje de gilsonita mayor será la viscosidad del nuevo asfalto para porcentajes de APP de 0,5%, además, a temperaturas altas (por encima de 140°C) los modificados 3 y 4 tienen viscosidades muy similares.



Gráfica 5. Composición química de asfaltos modificados con 0,5 % de APP

Con la gráfica 5 podemos corroborar un aporte de asfaltenos por parte de la gilsonita, cuando ésta se agrega en la cantidad de 5%. Por otra parte es evidente la pérdida de saturados y aromáticos debida a las reacciones químicas durante la modificación. Todos los cambios son notorios iniciando con porcentajes de 5% de gilsonita adicionada.

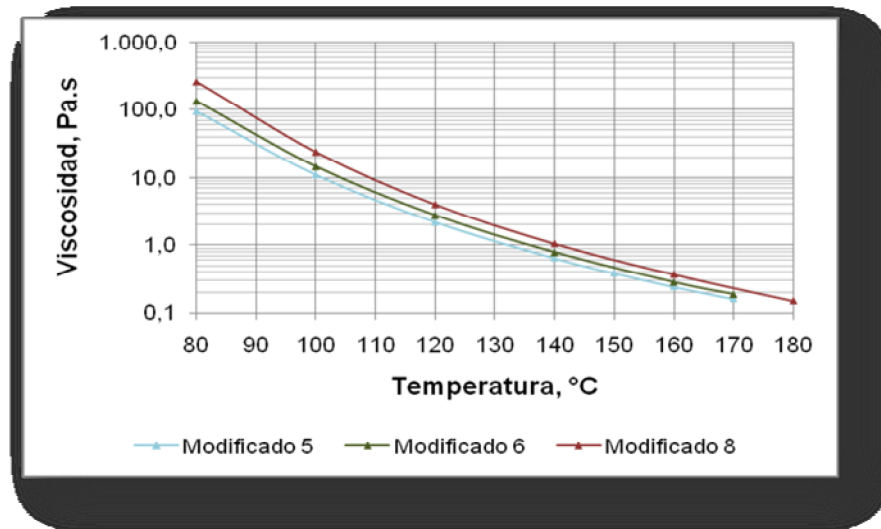
Para una misma cantidad de APP (0,5 %) basta con tener 3% de gilsonita para cumplir con los criterios de preselección por penetración, por tanto, el modificado 2 es el seleccionado en ésta etapa.

4.2. ETAPA II: MODIFICACIONES DE ASFALTO CON APP, MANTENIENDO CONSTANTE EL PORCENTAJE DE GILSONITA

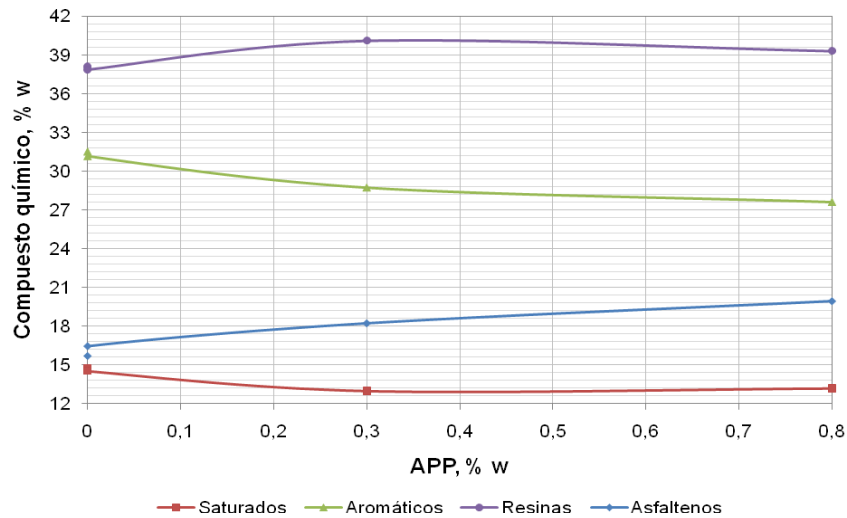
	<i>GILSONITA, %</i>	<i>APP, %</i>	<i>PENETRACIÓN, (1/10)mm, 25°C</i>	<i>PUNTO DE ABLANDAMIENTO, °C</i>
Modificado 5	5,0	0,0	24,3	61,4
Modificado 6	5,0	0,3	23,6	62,3
Modificado 8	5,0	0,8	20,5	67,1

Tabla 10. Datos de los porcentajes de cada una de las modificaciones, penetración y punto ablandamiento

El modificado 8 posee un punto de ablandamiento considerablemente alto respecto a los modificados 5 y 6, causa de ello el valor de penetración.



Gráfica 6. Curvas reológicas de los asfaltos modificados en la etapa II



Gráfica 7. Composición química de asfaltos modificados con 5 % de Gilsonita

No se requiere tener porcentajes altos de APP para la misma cantidad de gilsonita, si se desean obtener buenos resultados; los datos de penetración se encuentran dentro de los valores permisibles, por ende se podría afirmar que todos los asfaltos modificados se pueden seleccionar en esta etapa, sin embargo, teniendo en cuenta los costos de producción fue escogido el asfalto modificado 6 con 0,3% de APP y 5% de Gilsonita.

4.3. ETAPA III: MODIFICACIONES DE ASFALTO CON LOS PORCENTAJES ÓPTIMOS DE GILSONITA Y APP A DIFERENTES TIEMPOS DE MODIFICACIÓN.

NOMBRE DE LA MODIFICACIÓN	LA GILSONITA, %	APP, %	TIEMPO, h	
			Con gilsonita	Con APP
Modificado 9	5,0	0,3	0,5	1,5
Modificado 10	3,0	0,5	1	3

Tabla 11 Identificación de los porcentajes de cada una de las modificaciones

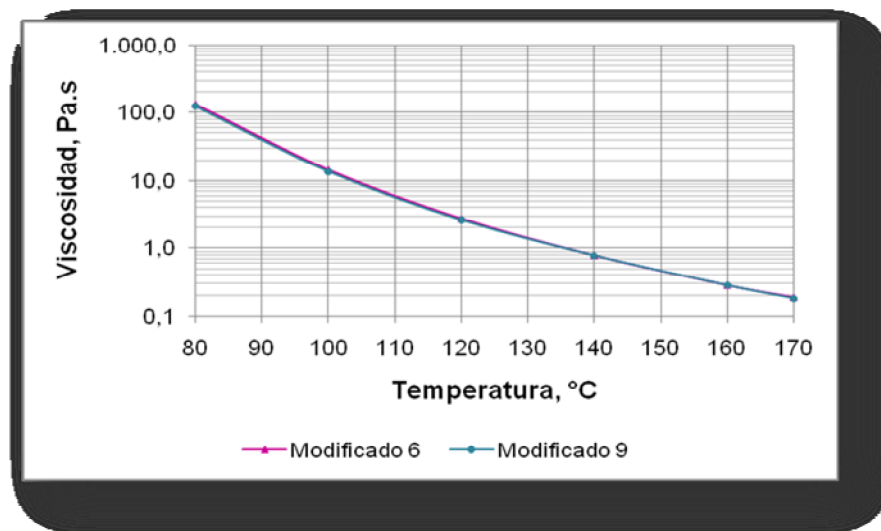
MODIFICACIÓN	PENETRACIÓN, (1/10)mm, 25°C	PUNTO DE ABLANDAMIENTO, °C
Modificado 6	23,6	62,3
Modificado 9	19,3	63,5

Tabla 12. Comparación de datos de la penetración y punto ablandamiento entre los asfaltos modificados 6 y 9

MODIFICACIÓN	COMPOSICIÓN, %				IC
	Saturados	Aromáticos	Resinas	Asfaltenos	
Modificado 6	12,99	28,70	40,09	18,22	0,45
Modificado 9	13,52	27,29	41,12	18,907	0,46

IC = Índice de inestabilidad coloidal=(% Saturados + % Afaltenos)/ (% Aromáticos + % Resinas)

Tabla 13. Comparación de la composición química de los asfaltos modificados 6 y 9



Gráfica 8. Comparación de curvas reológicas de las asfaltos 6 y 9

MODIFICACIÓN	PENETRACIÓN, (1/10)mm, 25°C	PUNTO DE ABLANDAMIENTO, °C
Modificado 2	26,0	62,3
Modificado 10	21,0	65,4

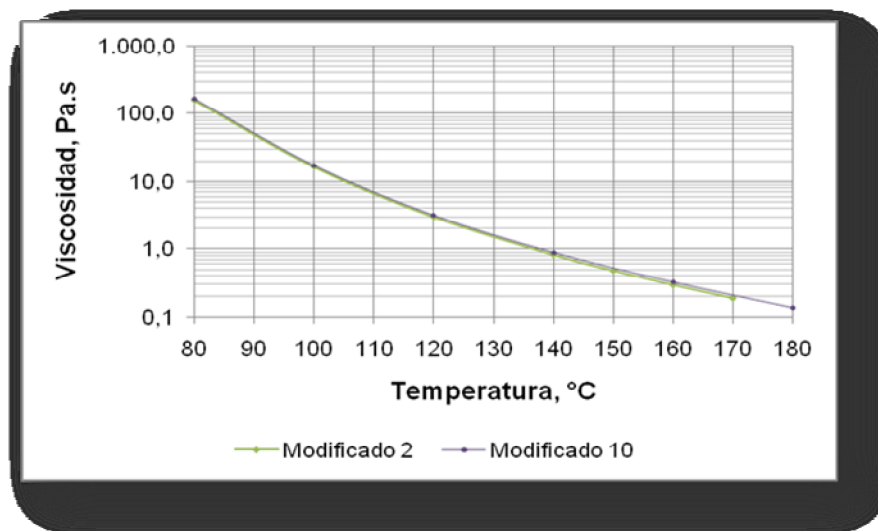
Tabla 14. Comparación de datos de la penetración y punto ablandamiento entre los asfaltos modificados 2 y 10

La reducción en los valores de penetración y el aumento del punto de ablandamiento se debe a la hora de más que se dejó expuesto el asfalto a 170°C ± 5°C.

MODIFICACIÓN	COMPOSICIÓN, %				IC
	Saturados	Aromáticos	Resinas	Asfaltenos	
Modificado 2	15,06	30,16	38,34	16,44	0,46
Modificado 10	13,75	26,68	40,32	19,25	0,49

IC = Índice de inestabilidad coloidal=(% Saturados + % Afaltenos)/ (% Aromáticos + % Resinas)

Tabla 15. Compración de la composición química de los asfaltos modificados 2 y 10



Gráfica 9. Comparación de curvas reológicas de los asfaltos 2 y 10

Una hora más a 170°C ± 5°C no afecta considerablemente la viscosidad, pero a altas temperaturas se nota un leve aumento de esta en el asfalto modificado 10, debida a la mayor acumulación de resinas y asfaltenos.

4.4. ETAPA DE REPETIBILIDAD: REPETIBILIDAD DE MODIFICACIONES DE ASFALTO

5% de Gilsonita + 0,3 % de APP. Tiempo de reacción: 3 horas

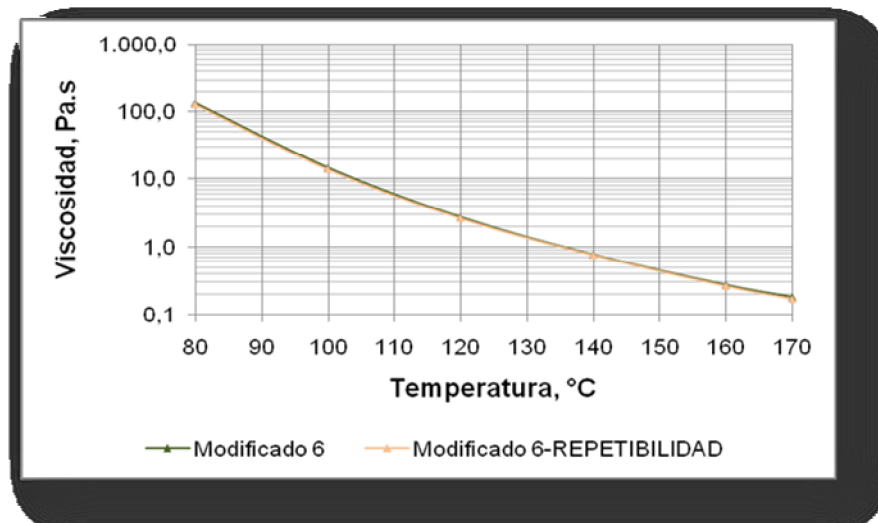
<i>MODIFICACIÓN</i>	<i>PENETRACIÓN, (1/10)mm, 25°C</i>	<i>PUNTO DE ABLANDAMIENTO, °C</i>
Modificado 6	23,6	62,3
Modificado 6-REPETIBILIDAD	21,0	62,5

Tabla 16. Datos de la penetración y punto ablandamiento, especificando el tiempo de reacción de cada uno de los modificadores

<i>MODIFICACION</i>	<i>COMPOSICIÓN, %</i>				<i>IC</i>
	<i>Saturados</i>	<i>Aromáticos</i>	<i>Resinas</i>	<i>Asfaltenos</i>	
Modificado 6	13,19	27,58	39,30	19,93	0,48
Modificado 6-REPETIBILIDAD	13,87	25,59	41,16	19,38	0,50

IC = Índice de inestabilidad coloidal=(% Saturados + % Afaltenos)/ (% Aromáticos + % Resinas)

Tabla 17. Composición química de los asfaltos modificados



Gráfica 10. Curvas reológicas de la repetibilidad del asfalto modificado 6

5% de Gilsonita + 0,3 % de APP. Tiempo de reacción: 2 horas

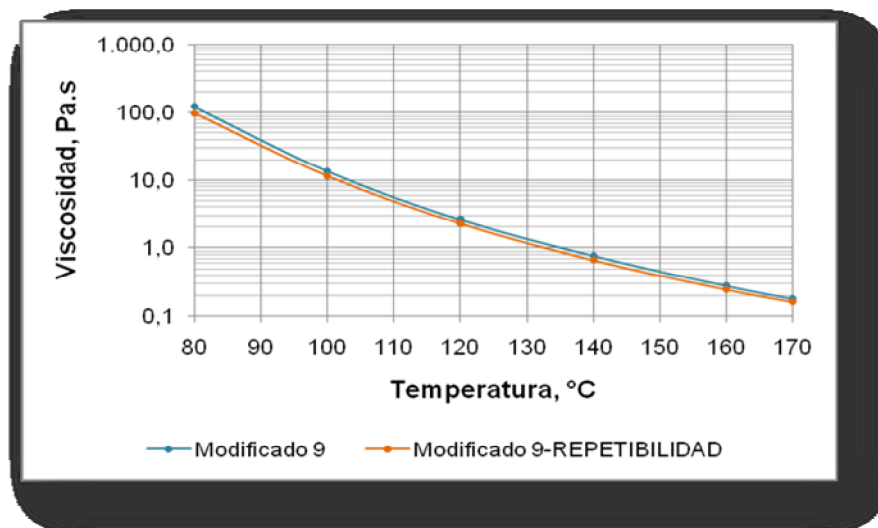
<i>MODIFICACIÓN</i>	<i>PENETRACIÓN, (1/10)mm, 25°C</i>	<i>PUNTO DE ABLANDAMIENTO, °C</i>
Modificado 9	19,3	63,2
Modificado 9 –REPETIBILIDAD	22,3	61,8

Tabla 18. Datos de la penetración y punto ablandamiento, especificando el tiempo de reaccion de cada uno de los modificadores

<i>MODIFICACIÓN</i>	<i>COMPOSICIÓN, %</i>				<i>IC</i>
	<i>Saturados</i>	<i>Aromáticos</i>	<i>Resinas</i>	<i>Asfaltenos</i>	
Modificado 9	13,52	27,29	41,12	18,07	0,46
Modificado 9 –REPETIBILIDAD	13,37	25,84	41,84	18,95	0,48

IC = Índice de inestabilidad coloidal=(% Saturados + % Afaltenos)/ (% Aromáticos + % Resinas)

Tabla 19. Composición química de los asfaltos modificados



Gráfica 11. Curvas reológicas de la repetibilidad del asfalto modificado 9

Según los resultados de penetración, punto de ablandamiento, curva reologica y análisis SARA, es viable afirmar que la presencia de material mineral en la gilsonita impide la repetibilidad de los resultados, debido a que es imposible garantizar la homogeneidad de la muestra de gilsonita, a pesar de estar completamente mezclada y triturada (pasando por el tamiz de 0,425 mm, #40). Esta no uniformidad se puede reafirmar con los resultados del SARA, el cual muestra diferencia en los porcentajes de todas las fracciones.

5,5% de Gilsonita + 0,5 % de APP. Tiempo de reacción: 3,5 horas

<i>MODIFICACIÓN</i>	<i>PENETRACIÓN, (1/10)mm, 25°C</i>	<i>PUNTO DE ABLANDAMIENTO, °C</i>
Modificado con gilsonita impura	22,0	65,1
Modificado con gilsonita pura	23,7	64,0

Tabla 20. Datos de la penetración y punto ablandamiento, especificando el tiempo de reacción de cada uno de los modificadores

La tabla 20 muestra una diferencia entre los valores de penetración de 1,7 (1/10) mm y en el punto de ablandamiento de 1,1°C, de los asfaltos modificados con gilsonita pura y con la presencia de material mineral, lo cual sugiere la acción catalítica de los minerales presentes en dicho material.

<i>MODIFICACIÓN</i>	<i>COMPOSICIÓN, %</i>				<i>IC</i>
	<i>Saturados</i>	<i>Aromáticos</i>	<i>Resinas</i>	<i>Asfaltenos</i>	
Modificado con gilsonita impura	11,67	22,39	48,73	17,21	0,41
Modificado con gilsonita pura	11,72	24,35	46,67	17,27	0,41

IC = Índice de inestabilidad coloidal=(% Saturados + % Afaltenos)/ (% Aromáticos + % Resinas)

Tabla 21. Composición química de los asfaltos modificados

<i>Prueba, Método</i>		<i>Resultados</i>	<i>Especificación</i>
Reómetro de Corte Dinámico (DSR), NTC 5340			
Temperatura (°C)	G* (KPa)	δ (grados)	G*/Sen δ (KPa)
52	22,800	67,40	64,265
58	9,923	69,31	30,020
64	4,168	71,59	13,915
70	1,716	74,07	6,500
76	0,691	76,66	3,078
82	0,284	79,12	1,533
88	0,119	81,32	0,796

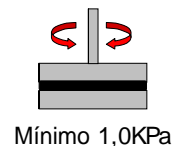
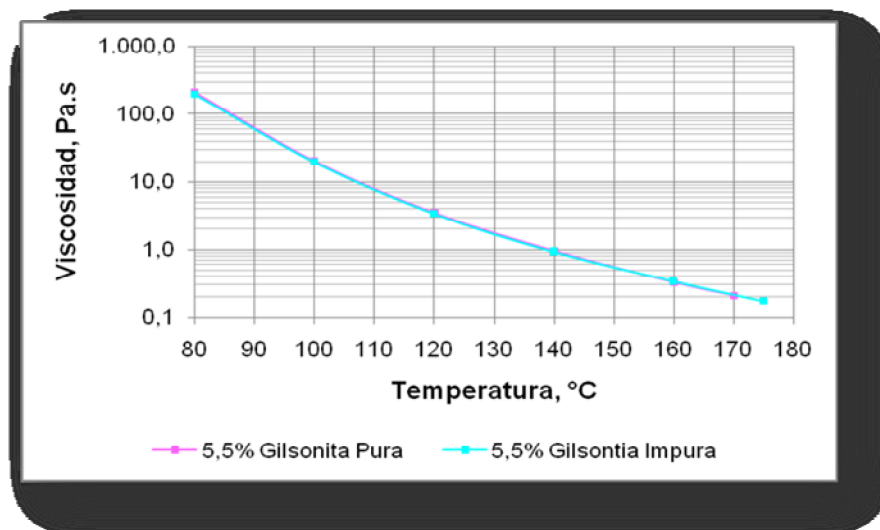


Tabla 22. Resultados del DSR para el asfalto 5,5 % Gilsonita pura

Comparando los resultados de las tablas 6 y 21, se nota una disminución de δ y un aumento de G^* , es decir que el asfalto modificado responderá de mejor manera a las deformaciones permanentes. Por otra parte, la temperatura máxima del PG subió desde 70°C (asfalto base original), hasta 82°C para el asfalto modificado que garantiza mayor resistencia térmica.



Gráfica 12. Curvas reológicas de los modificados con 5,5% de gilsonita

4.5. ETAPA DE SELECCIÓN

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en la etapa III, fue necesario ajustar los porcentajes de gilsonita y APP, para aclarar los rangos de uso del hidrocarburo puro.

NOMBRE DE LA MODIFICACIÓN	GILSONITA, %	APP, %	TIEMPO, h	
			Con gilsonita	Con APP
Seleccionado I	5,0	0,55	1	2
Seleccionado II	4,0	0,5	1	3

Tabla 23. Identificación de los porcentajes de cada una de las modificaciones

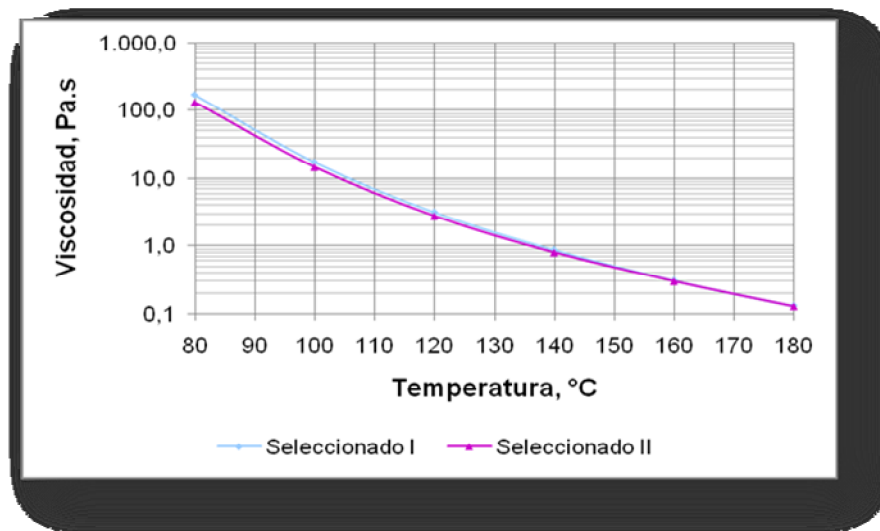
ENSAYO	UNIDADES	RESULTADO	
		Seleccionado I	Seleccionado II
Penetración a 25°C, 100 g y 5 s	0,1 mm	24,7	26,7
Punto de ablandamiento	°C	63,8	61,6
Ductilidad a 5°C, 5 cm/min	Cm	0,3	0,2
Recuperación elástica por torsión a 25°C	%	11	9,0
Contenido de agua	%	0,0	0,0
Residuo del ensayo de pérdida por calentamiento	-	-	-
Pérdida de masa	%	0,131	0,091
Penetración del residuo luego de la pérdida por calentamiento en película delgada en movimiento, % de la penetración	%	68,8	70,0
Ductilidad a 5°C, 5 cm/min	Cm	0,3	0,4

Tabla 24. Caracterización físico-química de los asfaltos seleccionados I y II

		COMPOSICIÓN, %				IC
		Saturados	Aromáticos	Resinas	Asfaltenos	
Seleccionado I	Original	13,81	28,00	40,35	17,83	0,46
	Envejecido RTFOT	13,69	26,20	40,95	19,15	0,49
Seleccionado II	Original	13,65	26,06	42,08	18,20	0,47
	Envejecido RTFOT	12,57	27,21	42,02	18,19	0,44

IC = Índice de inestabilidad coloidal=(% Saturados + % Afaltenos)/ (% Aromáticos + % Resinas)

Tabla 25. Composición química de los asfaltos seleccionado I y II



Gráfica 13. Curvas reológicas de los asfaltos modificados seleccionado I y II

Los nuevos asfaltos obtenidos, son estables, no ductiles a 5°C, tienen mayor recuperación elástica en comparación con los asfaltos convencionales (2% - 4%) y el punto de ablandamiento está dentro de los rangos para asfalto de ésta clase; el envejecimiento en RTFOT, se refleja en una reducción en las fracciones de

aromáticos y saturados, siendo ésta última en menor proporción en el seleccionado II, aunque prácticamente no se observan los cambios, es decir, los resultados están dentro de los rangos de incertidumbre del método.

5. CONCLUSIONES

- I. Se cumplió con el período establecido para la práctica, teniendo en cuenta las políticas de la empresa y las cláusulas acordadas en el convenio entre la UIS y CORASFALTOS.
- II. Se adquirieron habilidades y destrezas en la realización de los ensayos referentes a la caracterización físico-química de los asfaltos convencional y modificado.
- III. Se realizó la investigación y se determinó el método de modificación de un asfalto de ECOPETROL con gilsonita y ácido polifosfórico, que proporcionan al ligante mayor resistencia a las deformaciones permanentes y reducción de la susceptibilidad térmica.
- IV. Las características del ligante modificado sugieren su posible uso en las mezclas asfálticas de alto módulo.
- V. La presencia de ácido polifosfórico y gilsonita con material mineral, sugiere la posibilidad de encontrar reacciones alternas; los minerales probablemente actúan como catalizadores en las reacciones que ocurren durante la modificación y durante el envejecimiento simulado.
- VI. No se recomienda trabajar con gilsonita contaminada, ya que no se puede garantizar ni la homogeneidad de la misma, ni del producto modificado.

BIBLIOGRAFÍA

- (1) JEAN-FRANÇOIS CORTÉ de Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (France) (LCPC). Development and Uses of Hard-Grade Asphalt and of High-Modulus Asphalt Mixes in France. *Perpetual Bituminous Pavements* [503], 12-31. 2001.
- (2) Instituto Nacional de Vías (INVIAS). Normas Técnicas de Ensayos para Carreteras. <http://www.invias.gov.co/> 2007
- (3) Groupement professionnet des Bitumen, Shell. Le bitume, ses caractéristiques et ses usages. 2005.
- (4) MINERALCO. Iran Gilsonite. <http://www.irangilsonite.com/>. 2009
- (5) Specification and quality of bitumens . *The Shell Bitumen Handbook*. 5 ed. 2009. p. 81-3.
- (6) Asphalt Institute. Principios de construcción de pavimentos de mezcla asfáltica en caliente. Serie de manuales No.22 (MS-22) . In: Asphalt Institute, editor. Principios de construcción de pavimentos de mezcla asfáltica en caliente. 22 ed. Lexington, KY. USA: 1992. p. 10-29.
- (7) Méndez A, Núñez Y. Mezcla de asfaltos naturales con asfaltos de refinería para producir asfaltos duros en la elaboración de mezclas de alto módulo. Bucaramanga, Colombia: Universidad Industrial de Santander; 2008.
- (8) Buncher M. Establishing a baseline of knowledge (thru 2005) by reviewing AI IS-220, "Polyphosphoric acid modification of asphalt". *Polyphosphoric Acid Modification of Asphalt*. 2005.
- (9) Agnusdei J, Jair M. Optimización de las temperaturas de mezcla y compactación para ligantes modificados. 2004.
- (10) Butler JR, Kelly KP, Buras PJ, Lee B, inventors; Incorporation of gilsonite into asphalt compositions. Houston, TX patent US Patent 6972047. 2005.
- (11) Eilers H. The colloidal structures of asphalt. *Laboratory N . V. de Bataafsche Petroleum ivaatschappij*. 1948. p. 1195-211.

ANEXOS

Anexo 1. Información sobre CORASFALTOS

CORASFALTOS es una entidad mixta de carácter civil, sin ánimo de lucro, que propende por la integración, difusión y mejoramiento del conocimiento sobre los asfaltos y los materiales empleados en la construcción de infraestructura vial. Brinda soporte para satisfacer las necesidades tecnológicas en asfaltos y/o pavimentos a los sectores industrial, estatal y educativo.

CORASFALTOS cuenta con el Laboratorio de Asfaltos, Mezclas Asfálticas y suelos que opera en el parque Tecnológico de Guatiguará, sede de investigaciones de la UIS. En esta área localizada en las instalaciones de CORASFALTOS se desarrollan las pruebas y trabajos relacionados con la evaluación y caracterización físico-química y físico-mecánica de productos, mezclas asfálticas y suelos.

Para cumplir su misión, CORASFALTOS realiza alianzas y convenios que permitan, entre otras secciones, la participación de estudiantes en los proyectos que se adelantan y/o en los servicios especializados que brinda la Corporación.

Para este fin CORASFALTOS solicitó un estudiante de último semestre de Ingeniería Química, cuya función sería la participación en el proyecto “INVESTIGACIÓN NACIONAL PARA DESARROLLO Y FORMULACIÓN DE ASFALTOS Y MEZCLAS ASFÁLTICAS DE ALTO MÓDULO, PARA APLICACIÓN EN VÍAS PRIMARIAS” que se desarrolla en la corporación.

La práctica empresarial se realizó dentro del marco del convenio de Prácticas Empresariales entre la Corporación para la Investigación y el Desarrollo en Asfaltos en el Sector Transporte e Industrial -CORASFALTOS- y la Universidad Industrial de Santander; se desarrolló en la sede de la Corporación, ubicada en la sede UIS Guatiguará en Piedecuesta, en el horario de oficina establecido por ésta.

El trabajo, se realizó bajo el cargo de Estudiante en práctica, incluyó las siguientes responsabilidades:

- Responsabilidad por equipos
- Responsabilidad por información
- Responsabilidad en la Toma de Decisiones
- Responsabilidad por el Sistema de Calidad
- Responsabilidad en el desempeño de ensayos
- Responsabilidad por los métodos de ensayo y/o calibración utilizados
- Responsabilidad por el ambiente de trabajo
- Otras responsabilidades Globales

Anexo 2. Información general de los modificadores empleados

1. GILSONITA[‡]

Hidrocarburo resinoso natural similar al asfalto proveniente del petróleo y a menudo es llamado asfaltita o asfaltum. Es soluble en solventes aromáticos y algunos solventes alifáticos, además del asfalto de petróleo. La gilsonita es frecuentemente usada para endurecer derivados del petróleo que son de consistencias blandas. Es frágil y puede ser fácilmente convertido en polvo. Ésta El asfalto natural es usado como agente mejorador de ligante asfáltico, alcanzando altos grados de desempeño e incorporándose perfectamente a éste sin necesidad de triturarla demasiado como es el caso de otros modificadores; tiene alta estabilidad, reduce la deformación y la susceptibilidad a la temperatura e incrementa la resistencia al *stripping*, causado por el agua.

1.1. Propiedades físicas

NOMBRE DEL ENSAYO	MÉTODO	RESULTADO DEL ENSAYO
Color en masa	-	Negro
Color en vetas o polvo	-	Marrón
Gravedad específica a 25°C/25°C	ASTM-D3289	0,8
Contenido de ASH, wt%	ASTM-D3147	7,60
Contenido de humedad, wt%	ASTM-D3173	0,5
Material volátil a 900°C	ASTM-D3175	62,3
Solubilidad en CS ₂ , wt%	ASTM-D4	74,9
Punto de ablandamiento, °C	ASTM-D-36	160
Punto de chispa	-	193,3-204,4 °C
Carbón fijo	ASTM-D3172	27,5

[‡] MINERALCO. Iran Gilsonite. <http://www.irangilsonite.com/>. 2009

1.2. Propiedades y análisis químico[§]

La gilsonita se caracteriza por tener alto contenido de asfaltenos y alto peso molecular. Se puede clasificar dependiendo del punto de ablandamiento que posea, y existen cuatro tipos de este material:

COMPONENTE TÍPICO	PUNTO DE ABLANDAMIENTO, °C			
	143,3	160	176,7	190,6
Asfaltenos, wt%	57	66	71	76
Resinas, wt%	37	30	27	21
Aceites, wt%	6	4	2	3
	100	100	100	100

Por otra parte, la gilsonita se encuentra compuesta por los siguientes elementos:

	wt %
Carbón	84,9
Hidrógeno	10,0
Nitrógeno	3,3
Oxígeno	1,4
Azufre	0,3
Otros elementos	0,1
	100
Carbón alifático	68,3
Carbón aromático	31,7
Proporción H/C	1,42
Material volátil	84,5
Carbón fijo	15,0
Cenizas	0,5

[§] Ziegler Chemical & Mineral Corporation. Gilsonite Chemical Properties. <http://www.zieglerchemical.com/chemprop.htm>. 2009.

1.3. Estructura molecular

El análisis de Resonancia Magnética Nuclear (NMR) indica la presencia de una fracción aromática significativa. Muchos de los aromáticos se encuentran en sistemas estables y conjugados, probablemente como estructura porfirínica (ver figura 2) que está relacionado con la fuente geológica del producto. El resto de los componentes consisten en cadenas parafínicas largas. Una característica única de la gilsonita es el alto contenido de Nitrógeno, el cual está presente principalmente como grupos funcionales tales como pirrol, piridina y amida. Los grupos fenólicos y carbonílicos están también presentes.

Su peso molecular promedio se encuentra alrededor de 3000. Puede reaccionar con componentes formaldehídos bajo ciertas condiciones, debido a su potencial reactivo.

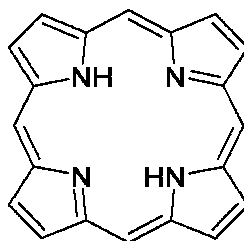
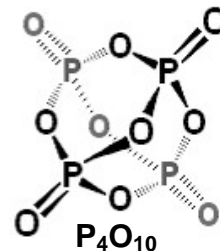
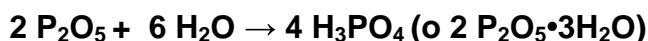


Figura 2. Estructura porfirínica

2. ACIDO POLIFOSFÓRICO**

Los componentes básicos para la producción de ácido polifosfórico (APP) son el óxido de fósforo (P_2O_5) y ácido fosfórico (H_3PO_4), como se muestra a continuación.



** Masson J-F. Brief Review of the Chemistry of Polyphosphoric Acid (APP) and Bitumen. Energy & Fuels 22, 2637-2640. 2008.

El fósforo es inicialmente oxidado a pentóxido de fósforo, el cual se cristaliza como P_4O_{10} . Una vez éste reacciona con agua, el ácido fosfórico es producido.

El APP es un oligómero de H_3PO_4 . Material altamente puro es producido también por deshidratación del H_3PO_4 a altas temperaturas o por el calentamiento del P_2O_5 dispersado en H_3PO_4 . La figura 3 ilustra el equilibrio de estas reacciones, las cuales producen diferentes cadenas largas y distribuciones. El método de deshidratación tiende a producir cadenas cortas, mientras el método de dispersión usualmente produce cadenas con más de 10 unidades repetidas.

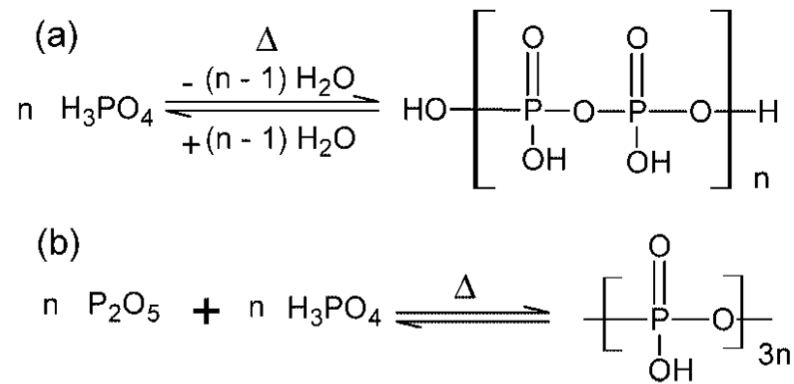
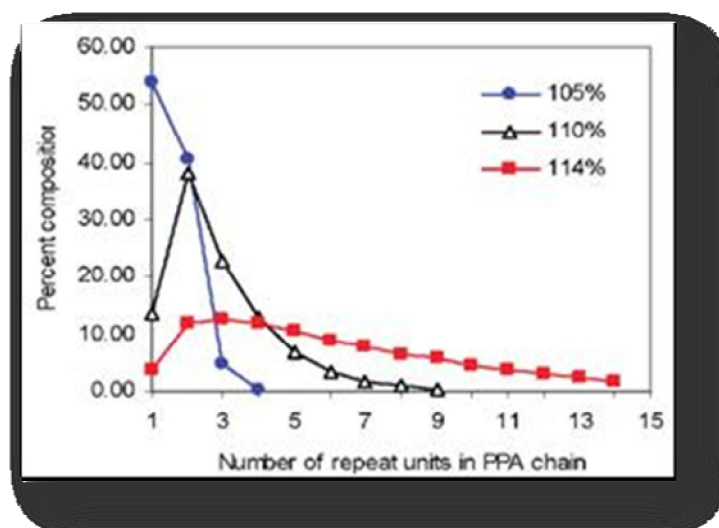


Figura 3. Producción del APP desde los métodos de (a) deshidratación y (b) dispersión. N es un número entero

El APP está disponible en varios grados, el nombre de cada uno de ellos puede ser confuso porque el porcentaje puede exceder el 100% (tabla 26). El ácido fosfórico 100% contiene 72,4% de P_2O_5 calculado desde la fórmula de proporciones en peso P_2O_5/H_3PO_4 .

AP	FORMULA 1	FORMULA 2	FORMULA 3	DESIGNACIÓN	P ₂ O ₅ (%)	AP (%)	P ₂ O ₅ / H ₂ O ^a
Orto	H ₃ PO ₄	P ₂ O ₅ •3H ₂ O	HO(HPO ₃)H	Sólido anidro	72,4	100	0,33
		P ₂ O ₅ •2.35H ₂ O		Super-AP	75,9	105	0,40
Piro	H ₄ P ₂ O ₇	P ₂ O ₅ •2H ₂ O	HO(HPO ₃) ₂ H		79,8	110	0,50
Tri	H ₅ P ₃ O ₁₀	P ₂ O ₅ •5H ₂ O	HO(HPO ₃) ₃ H		82,6	114	0,60
Meta	H ₂ P ₂ O ₆	P ₂ O ₅ •H ₂ O	HO(HPO ₃) _n	Meta-AP	88,8	123	1,00

Tabla 26. Grados y designaciones de ácidos fosfóricos (AP)



Gráfica 14. Distribución de la longitud de las cadenas para tres grados de APP

La producción de APP provee una producción de cadenas largas, donde el número de unidades repetidas en la cadena del APP, n en la figura 3, varía de una cadena a la siguiente. Jameson caracterizó ésta distribución y encontró que el ácido fosfórico 100% es una mezcla de H₃PO₄ con cerca de 10% de ácido pirofosfórico por peso. La gráfica 14 muestra la distribución de las cadenas para 3 grados comerciales usados en la modificación de bitúmenes. El grado 105% ácido fosfórico (AP) contiene para la mayor parte mono- y segmentos diméricos, orto- y ácido pirofosfórico. En contraste, el grado 110% tiene el mismo contenido de diméricos pero poco monómero, convertido a segmentos con $n > 3$. Todos ellos fueron convertidos a cadenas con 2-14 unidades. Este incremento en el largo de la

cadena principal a cadenas enredadas, explica el aumento de la viscosidad en los grados altos.

La estructura química del APP consta de 4 átomos de oxígeno unidos a cada átomo de fósforo, se encuentran en una configuración tetraédrica con el fósforo en el centro del tetraedro. La configuración principal de este tipo de moléculas consiste de átomos de fósforo y oxígeno unidos covalentemente entre sí (ver figura 4).

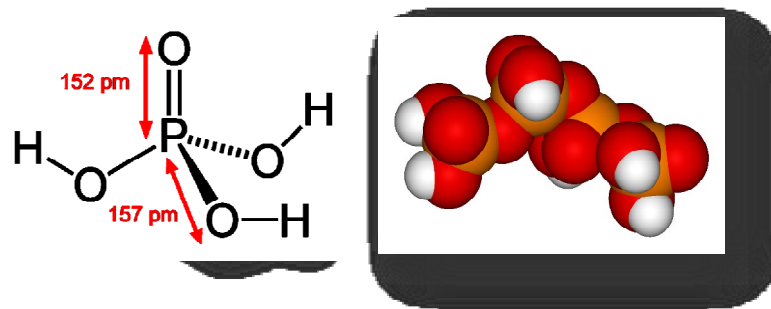


Figura 4. Estructura química del APP

2.1. Modificación de asfalto con ácido polifosfórico

En un esfuerzo por mejorar las características del asfalto, se ha puesto a reaccionar el ligante asfáltico con el APP, pero la complejidad de la composición del asfalto y la variación de las fuentes de crudo que los produce impiden entender estos cambios físico-químicos. Por consiguiente, en la literatura se puede encontrar diversos estudios que plantean hipótesis para tratar de explicar dichos cambios.

Según Masson y Gagné, el planteamiento de modelos de componentes, ayudará a entender los cambios que sufre el asfalto debido a la acción del APP. El primer modelo menciona que el asfalto en dominios ricos en grupos funcionales heteroatómicos reacciona con el ácido polifosfórico (APP). Dicho modelo está compuesto por piridina básica o grupo funcional pirinona formado por pares iónicos con APP y presenta la reactividad de la función no básica pirrol, la cual es

con frecuencia el más común de los grupos funcionales heteroatómicos del asfalto; y el segundo modelo muestra la reacción del isoquinolina y 1-metil-2-quinolinona con el APP para formar sales sólidas^{††}.

El primer modelo explica la reacción entre el indol y el APP, dicha reacción una vez realizada la protonación del doble enlace del indol, fue estudiada por Espectrometría Infrarroja Fourier-transformado (FTIR). Los resultados del FTIR revelaron que ambas, la amina y el doble enlace del indol pueden ser reactivos, y que la concentración del indol afecta el camino de la reacción.

En la siguiente figura, se pueden apreciar la estructura química del indol y de otros compuestos que se trataron durante dicho estudio.

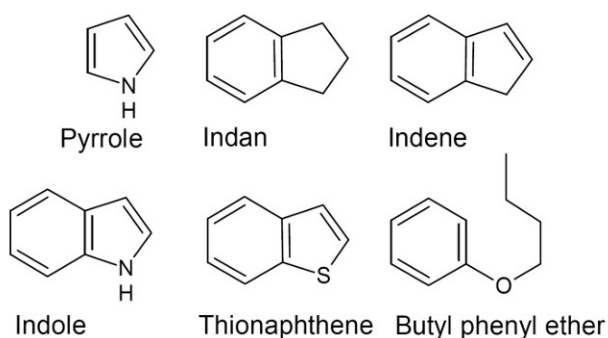


Figura 5. Ciertos componentes aromáticos del asfalto

i. Cuando la concentración del indol es alta

Como se mencionó anteriormente, la reacción inició con la protonación del doble enlace del carbón más alejado del nitrógeno. Esto produce un carbocatión estabilizado por dos estructuras resonantes (B y C en la figura 6). La adición nucleofílica del único par electrón de nitrógeno del indol a la carga de nitrógeno de carbocatión C produce la pareja de N-N en el componente D. En contraste, la adición electrofílica del carbocatión B en el doble enlace de indol no protonado

^{††} Masson J-F, Gagné M. Polyphosphoric Acid (PPA)-modified bitumen: disrupt of the asphaltenes network based on the reaction of nonbasic nitrogen with PPA. *Energy & Fuel* 22, 3402-3406. 2008.

conduce al componente F del cual la pérdida de un hidrógeno (Ha o Hb) puede producir E y G.

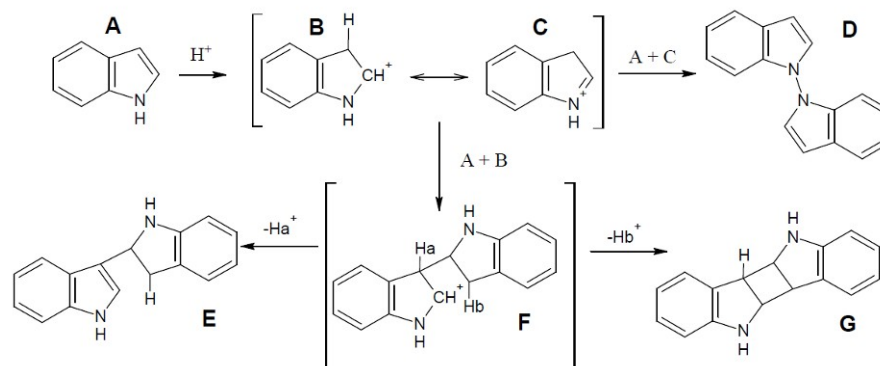


Figura 6. Posibles reacciones de parejas de indol (A) con sus cationes (B, C)

ii. Cuando la concentración del indol fue reducida por dilución

La concentración del nitrógeno en el bitumen es del 1%. Por tanto, es incierto que el indol como se muestra en la figura 6 se produciría en el asfalto cuando los grupos funcionales pirrol están muy distantes, dispersos en un mar de aromáticos de alquilo. Es mejor simular esta realidad de la siguiente forma, el indol fue diluido por separado con “indan” y después con butil fenil éter (ver figura 5). Debido a que los compuestos nombrados anteriormente, son aromáticos de alquilo típicos en el asfalto y son inmunes al efecto del APP, la dilución permitió una evaluación más eficaz de la verdadera naturaleza de la reacción entre el APP y los anillos de pirrol en el asfalto.

Basándose en los resultados obtenidos con la técnica de FTIR, con indol diluido y sin diluir, la fracción de menor importancia se esperaba que fuera compuesto G y dejando al componente D como el potencial producto de la reacción.

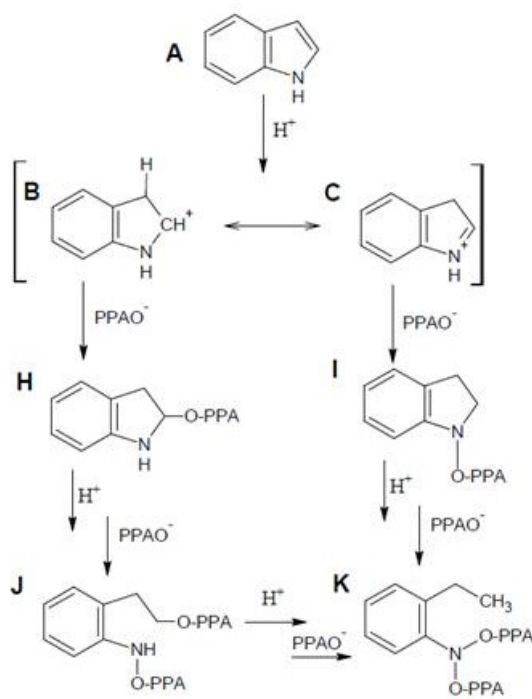


Figura 7. Análisis mecanístico de la transformación de indol en aductos de PPA a través de la fosforilación sucesiva. El anión PPA se escribe como PPAO⁻

Por otra parte, dichos resultados también mostraron una importante reducción en las absorbancias del N-H y del nuevo O-P = O explicando una reacción entre aniones APP y el indol, los cuales pueden reaccionar en cascada formando nuevas estructuras como las mostradas en la figura 7.

Estos descubrimientos indican que el APP en el asfalto puede incrementar la rigidez a través de los enlaces N-N, mientras que al mismo tiempo se interrumpe el enlace de hidrógeno, donde el N-H del grupo funcional pirrol es envuelto reduciendo el efecto del peso molecular de los asfaltenos además de reducir la viscosidad del asfalto modificado.

Baumgardner y colaboradores, analizaron los cambios en las características reológicas que sufren dos tipos de asfalto, de diferentes fuentes de crudos, modificados y no modificados con APP por medio de técnicas como la

Cromatografía en capa fina (TLC), Cromatografía de permeación en gel (GPC) y Microscopía de fuerza atómica (AFM)[‡]. Los resultados indican que el mecanismo de acción del APP depende del asfalto base. En un caso el APP afectó la fase dispersa del asfalto, en el otro caso afectó la matriz de asfalto (ver figura 8). En ambos casos, el APP causó rigidez de la fase de modificación.

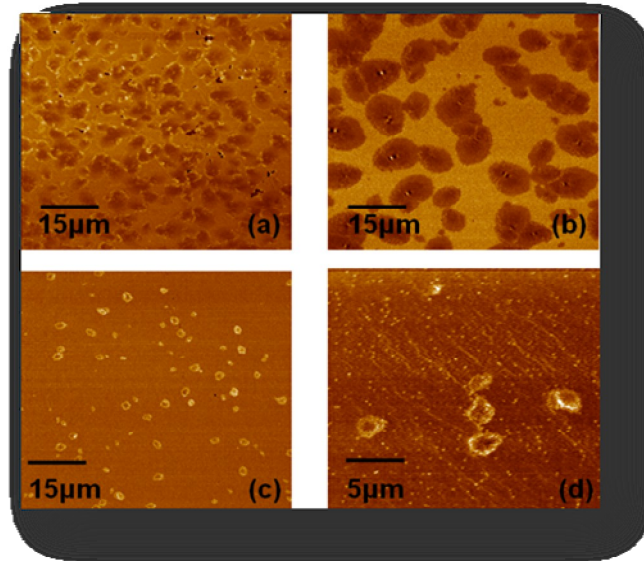


Figura 8. Microestructuras de los asfaltos: (a) Saudi original, (b) Saudi modificado con APP, (c) Venezolano original y (d) Venezolano modificado con APP

[‡] Baumgardner G-L, Hardee J-R, Menapace A-M, William A-G, Masson J-F. Polyphosphoric acid modified asphalt: proposed mechanisms. Proceedings of the Association of Asphalt Paving Technologists 74, 283-305. 2005.

Anexo 3. Otros resultados de ensayos realizados a los asfaltos modificados

En el siguiente anexo se presentan las tablas y gráficas de las curvas reológicas de cada uno de los asfaltos trabajados, además de los datos del porcentaje de las fracciones de aromáticos, saturados, resinas y asfaltenos de los asfaltos modificados 1, 2 3, 4, 5, 6 y 8.

Asfalto base original 30/40

TEMPERATURA, °C	VISCOSIDAD, Pa.s	R.P.M	TORQUE, %
60	437,000	2,2	96,1
80	34,564	27,8	96,1
100	5,074	189,7	96,2
120	0,922	52,1	96,1
130	0,505	95,1	96,1
135	0,385	125	96,2
140	0,298	161,5	96,1
145	0,233	206,2	96,2
150	0,188	250,0	94,2

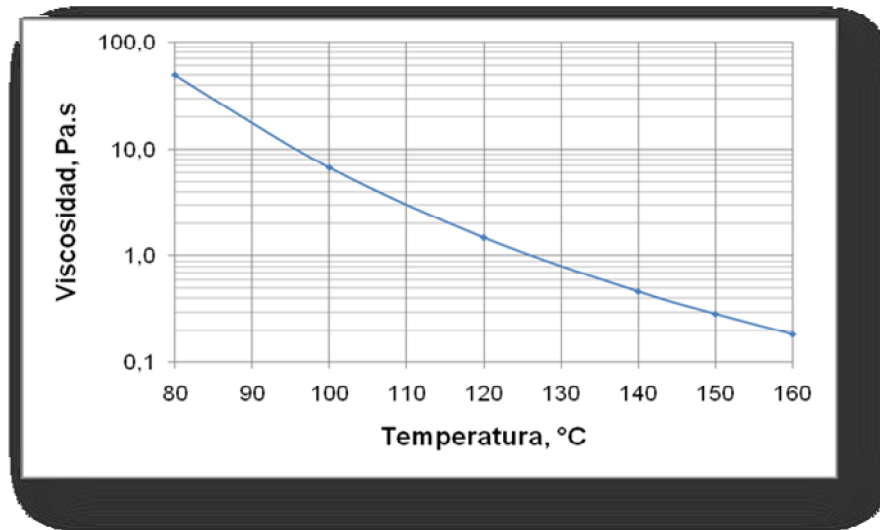
Tabla 27. Datos de la curva reológica del asfalto original

ETAPA I: Modificaciones de asfalto con gilsonita, manteniendo constante el porcentaje de ácido polifosfórico

Asfalto modificado 1: 0% Gilsonita + 0% APP

TEMPERATURA, °C	VISCOSIDAD, Pa.s	R.P.M	TORQUE, %
80	49,558	4,9	97,1
100	6,706	36,0	96,6
120	1,474	163,0	96,1
140	0,462	200,0	37,0
150	0,284	200,0	22,7
160	0,182	200,0	14,6

Tabla 28. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 1

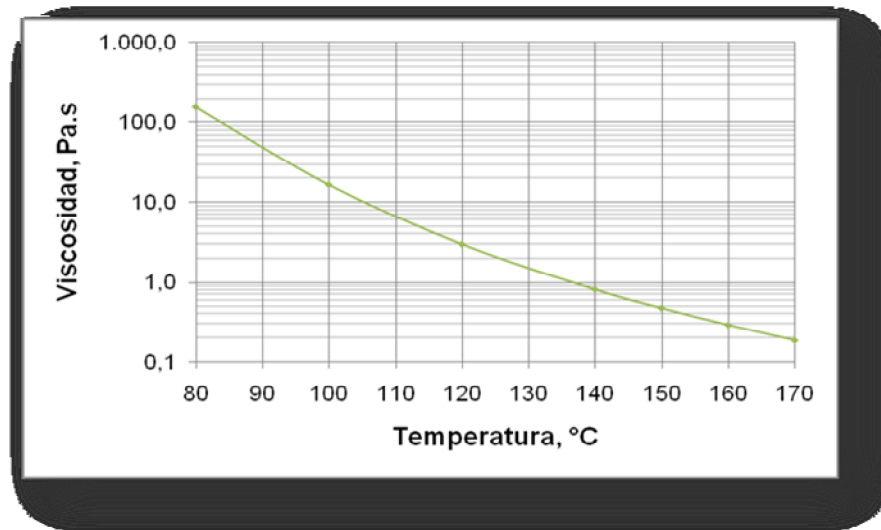


Gráfica 15. Curva reológica del asfalto modificado 1

Asfalto modificado 2: 3% Gilsonita + 0,5% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	157,000	1,5	94,1
100	16,511	14,5	4,9
120	2,973	83,0	98,7
140	0,813	200,0	65,1
150	0,473	200,0	37,8
160	0,284	200,0	23,2
170	0,185	200,0	14,8

Tabla 29. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 2

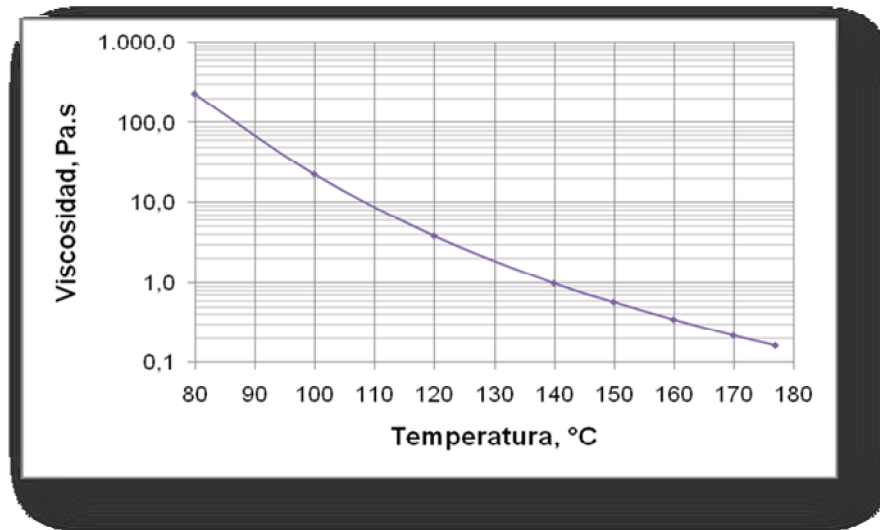


Gráfica 16. Curva reológica del asfalto modificado 2

Asfalto modificado 3: 5% Gilsonita + 0,5% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	230,333	1,0	92,0
100	22,412	10,4	93,2
120	3,795	62,0	94,1
140	0,981	200,0	78,5
150	0,568	200,0	45,4
160	0,343	200,0	27,4
170	0,216	200,0	17,3
177	0,162	200,0	12,9

Tabla 30. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 3

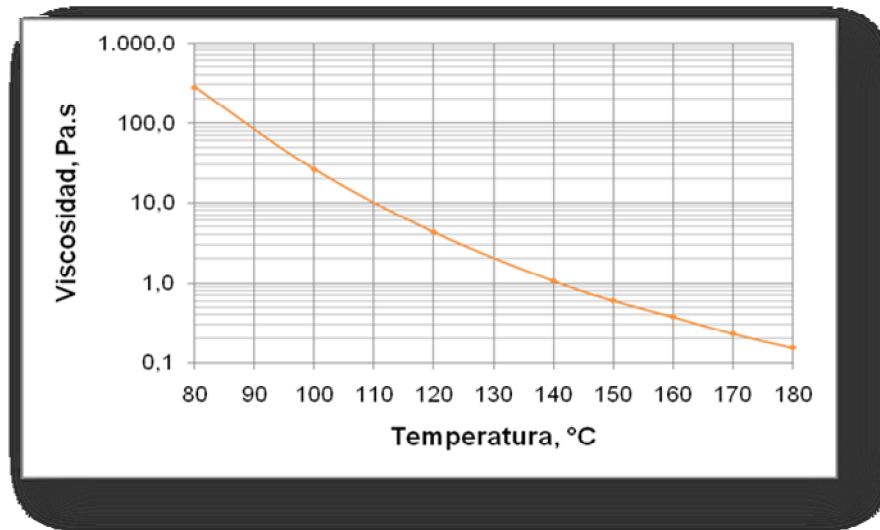


Gráfica 17. Curva reológica del asfalto modificado 3

Asfalto modificado 4: 7% Gilsonita + 0,5% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	283,0	0,8	90,4
100	26,195	9,0	94,3
120	4,261	55,0	93,7
140	1,059	200,0	84,7
150	0,601	200,0	48,1
160	0,376	200,0	30,1
170	0,229	200,0	18,3
180	0,153	200,0	12,2

Tabla 31. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 4



Gráfica 18. Curva reológica del asfalto modificado 4

MODIFICACIÓN	COMPOSICIÓN , %				IC
	Saturados	Aromáticos	Resinas	Asfaltenos	
Modificado 1	16,08	29,57	39,36	14,99	0,45
Modificado 2	15,06	30,16	38,34	16,44	0,46
Modificado 3	13,33	28,80	39,18	18,69	0,47
Modificado 4	12,86	27,20	40,64	19,29	0,47

IC = Índice de inestabilidad coloidal=(% Saturados + % Afaltenos)/ (% Aromáticos + % Resinas)

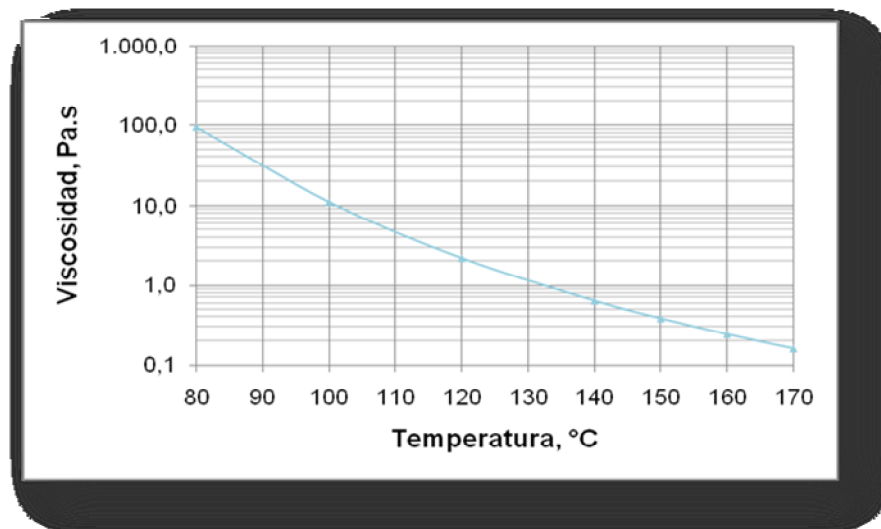
Tabla 32. Composición química de los asfaltos modificados

ETAPA II: Modificaciones de asfalto con APP, manteniendo constante el porcentaje de Gilsonita

Asfalto modificado 5: 5% Gilsonita + 0% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	94,231	2,6	98,1
100	11,009	22,3	98,2
120	2,182	111,5	97,3
140	0,635	200,0	50,8
150	0,380	200,0	30,4
160	0,240	200,0	19,2
170	0,160	200,0	12,8

Tabla 33. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 5

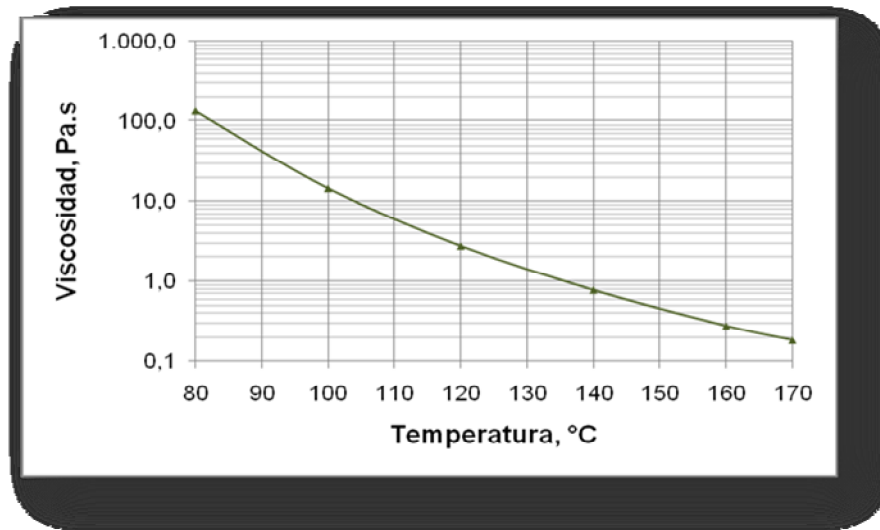


Gráfica 19. Curva reológica del asfalto modificado 5

Asfalto modificado 6: 5% Gilsonita + 0,3% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	132,667	1,8	95,4
100	14,552	16,0	93,1
120	2,734	87,5	95,7
140	0,772	200,0	61,7
160	0,278	200,0	22,3
170	0,185	200,0	14,8

Tabla 34. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 6

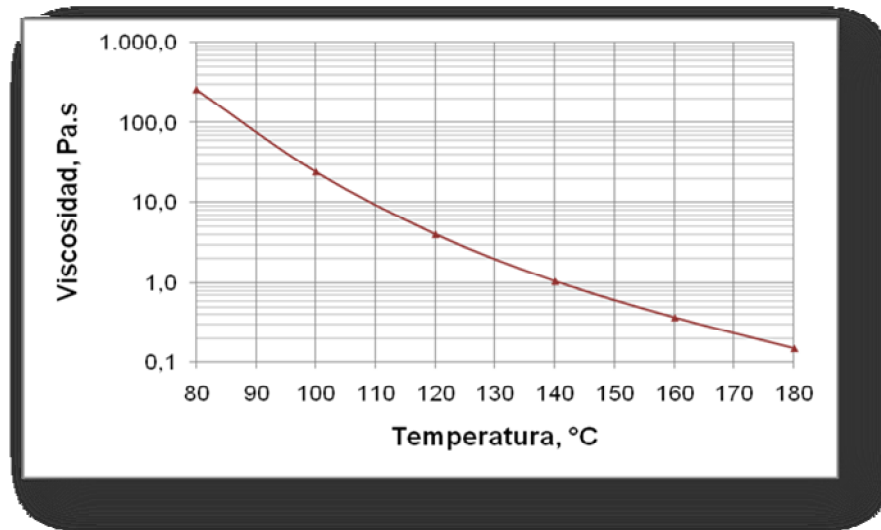


Gráfica 20. Curva reológica del asfalto modificado 6

Asfalto modificado 8: 5% Gilsonita + 0,8% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	259,000	0,9	93,2
100	23,980	9,8	93,9
120	3,976	60,9	96,8
140	1,040	200,0	83,2
160	0,362	200,0	29,4
180	0,148	200,0	11,9

Tabla 35. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 8



Gráfica 21. Curva reológica del asfalto modificado 8

<i>MODIFICACIÓN</i>	<i>COMPOSICIÓN , %</i>				<i>IC</i>
	<i>Saturados</i>	<i>Aromáticos</i>	<i>Resinas</i>	<i>Asfaltenos</i>	
Modificado 5	14,54	31,13	37,88	16,45	0,45
Modificado 6	12,99	28,70	40,09	18,22	0,45
Modificado 8	13,19	27,58	39,30	19,93	0,50

IC = Índice de inestabilidad coloidal=(% Saturados + % Afaltenos)/ (% Aromáticos + % Resinas)

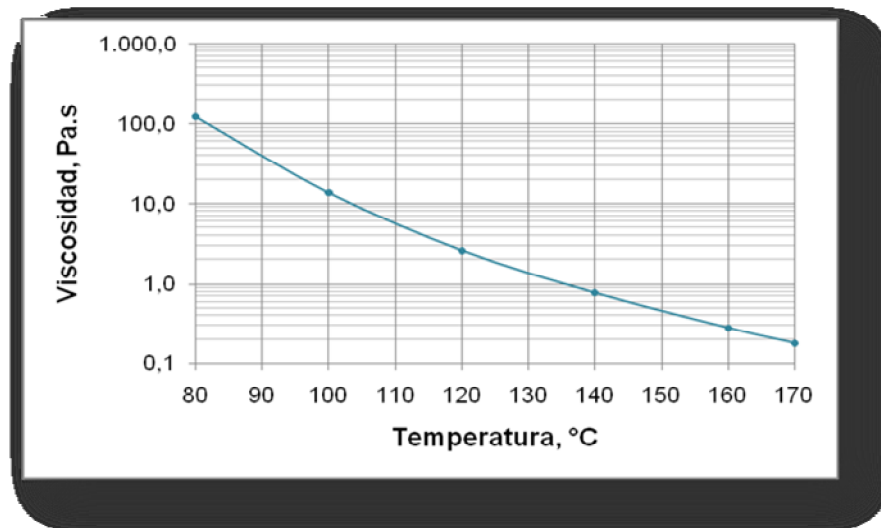
Tabla 36. Composición química de los asfaltos modificados

ETAPA III: Modificaciones de asfalto con los porcentajes óptimos de gilsonita y APP a diferentes tiempos de modificación.

Asfalto modificado 9: 3% Gilsonita + 0,5% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	123,000	2,0	98,2
100	13,616	17,7	96,4
120	2,593	94,5	98,0
140	0,770	200,0	61,6
160	0,278	200,0	22,3
180	0,178	200,0	14,3

Tabla 37 Datos de la curva reológica del asfalto modificado 9

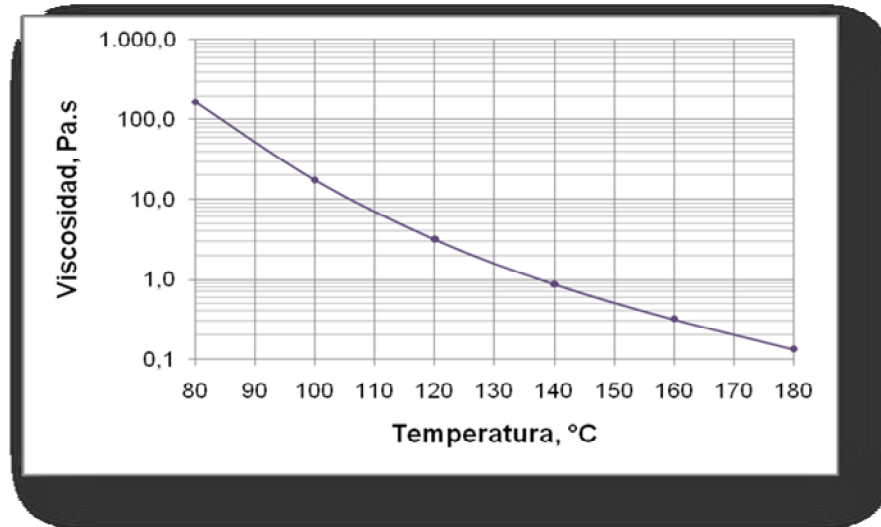


Gráfica 22. Curva reológica del asfalto modificado 9

Asfalto modificado 10: 3% Gisonita + 0,5% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	166,000	1,5	99,5
100	17,442	14,3	99,7
120	3,170	76,0	98,9
140	0,883	200,0	70,6
160	0,320	200,0	25,6
170	0,134	200,0	10,7

Tabla 38. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 10



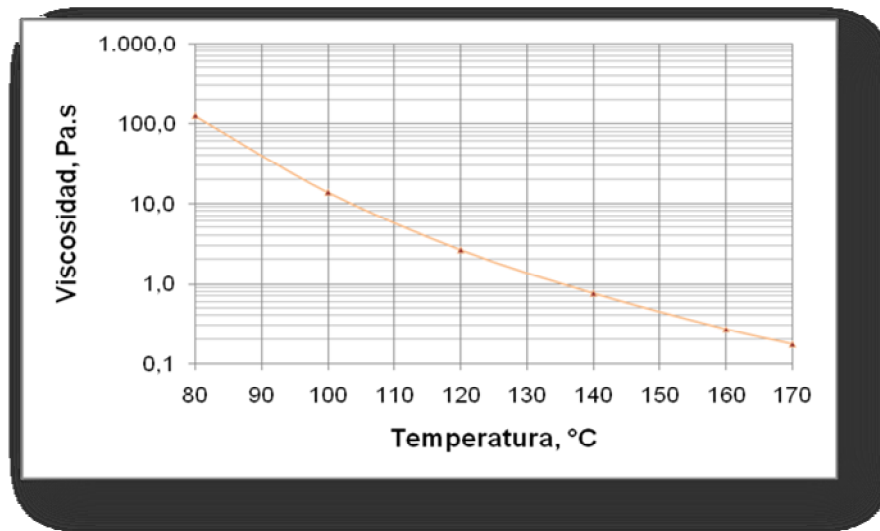
Gráfica 23. Curva reológica del asfalto modificado 10

ETAPA DE REPETIBILIDAD: REPETIBILIDAD DE MODIFICACIONES DE ASFALTO

Asfalto modificado 6 - REPETIBILIDAD: 5% Gilsonita + 0,3% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	166,000	1,5	99,5
100	17,442	14,3	99,7
120	3,170	76,0	98,9
140	0,883	200,0	70,6
160	0,320	200,0	25,6
170	0,134	200,0	10,7

Tabla 39. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 6 – REPETIBILIDAD

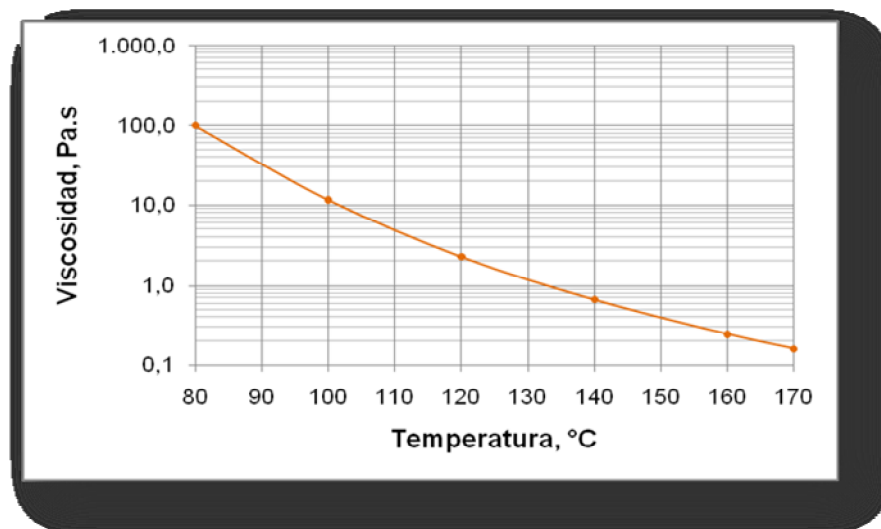


Gráfica 24. Curva reológica del asfalto modificado 6 - REPETIBILIDAD

Asfalto modificado 9 - REPETIBILIDAD: 5% Gilsonita + 0,3% APP. Tiempo de reacción: 2 horas.

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	99,067	2,5	99,1
100	11,570	20,5	95,7
120	2,267	107,0	97,0
140	0,663	200,0	53,0
160	0,245	200,0	19,6
170	0,160	200,0	12,8

Tabla 40. Datos de la curva reológica del asfalto modificado 9 – REPETIBILIDAD

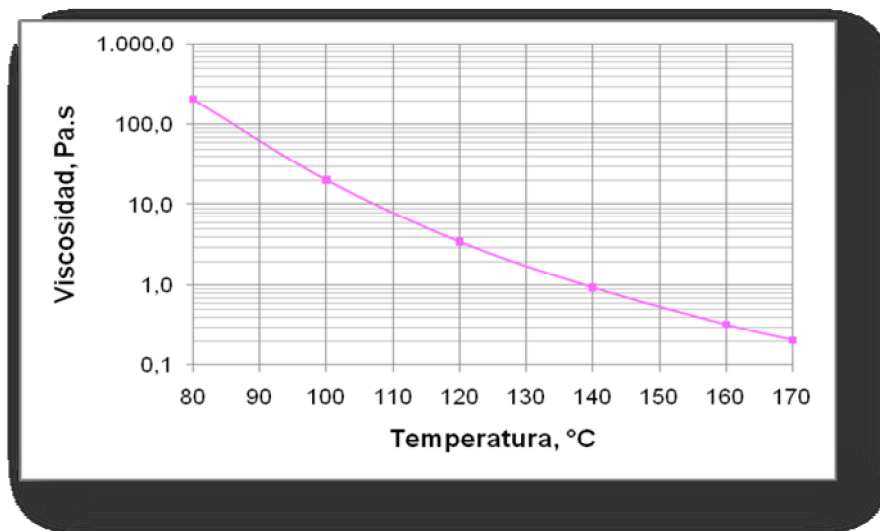


Gráfica 25. Curva reológica del asfalto modificado 9 - REPETIBILIDAD

Asfalto modificado con 5,5% Gilsonita pura y 0,5% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	205,667	1,2	98,7
100	20,096	12,2	98,1
120	3,446	71,5	99,1
140	0,939	200,0	75,1
160	0,323	200,0	25,9
80	205,667	1,2	98,7

Tabla 41. Datos de la curva reológica del asfalto modificado con 5,5% de gilsonita pura

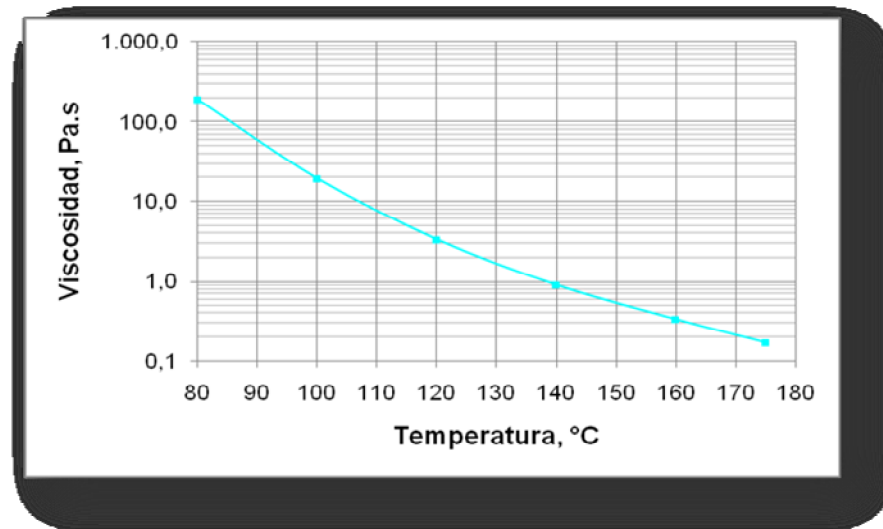


Gráfica 26. Curva reológica del asfalto modificado con 5,5% de gilsonita pura

Asfalto modificado con 5,5% Gilsonita impura y 0,5% APP

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	189,667	1,3	98,6
100	19,261	12,4	95,3
120	3,334	73,0	97,3
140	0,909	200,0	72,8
160	0,336	200,0	26,9
175	0,171	200,0	13,7

Tabla 42. Datos de la curva reológica del asfalto modificado con 5,5% de gilsonita impura



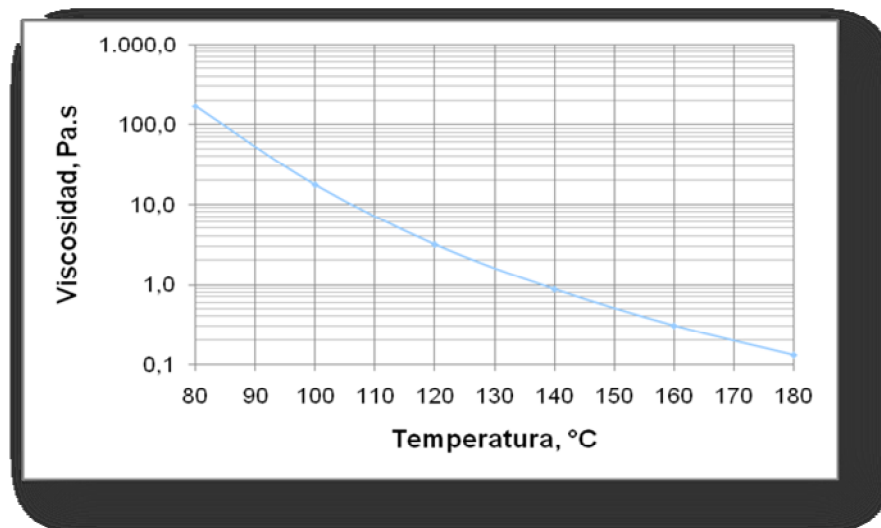
Gráfica 27. Curva reológica del asfalto modificado con 5,5% de gilsonita impura

ETAPA DE SELECCIÓN

Seleccionado I: 5% gilsonita + 0,55% APP. Tiempo de reacción: 3 horas.

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	170,667	1,4	95,5
100	17,577	14,0	98,5
120	3,168	75,5	95,7
140	0,877	200,0	70,2
160	0,306	200,0	24,5
180	0,130	200,0	10,4

Tabla 43. Datos de la curva reológica del asfalto modificado seleccionado I

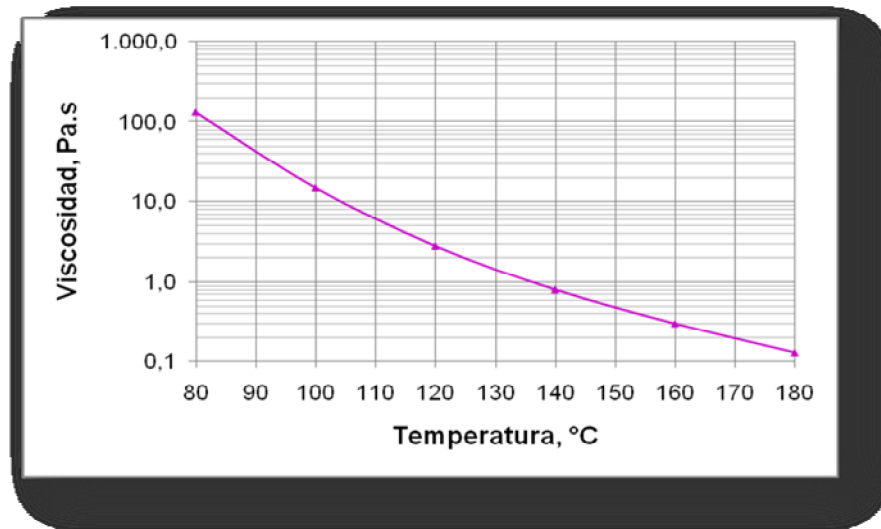


Gráfica 28. Curva reológica del asfalto modificado seleccionado I

Seleccionado II: 4% gilsonita + 0,5% APP. Tiempo de reacción: 4 horas.

<i>TEMPERATURA, °C</i>	<i>VISCOSIDAD, Pa.s</i>	<i>R.P.M</i>	<i>TORQUE, %</i>
80	130,667	1,9	99,4
100	14,753	16,2	95,6
120	2,771	87,2	96,8
140	0,797	200,0	63,8
160	0,298	200,0	23,8
180	0,128	200,0	10,2

Tabla 44. Datos de la curva reológica del asfalto modificado seleccionado II

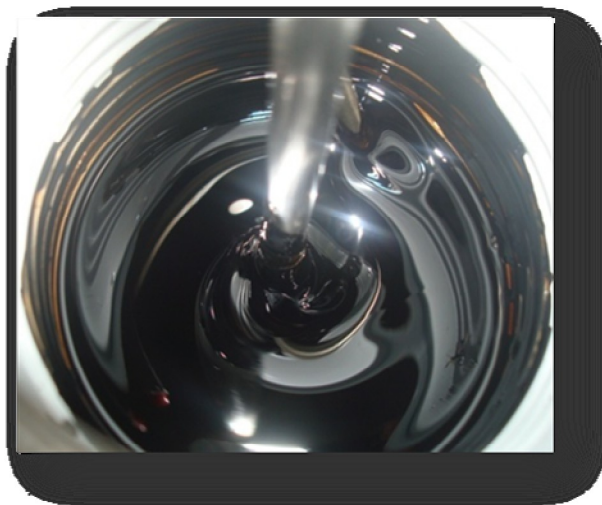


Gráfica 29. Curva reológica del asfalto modificado seleccionado II

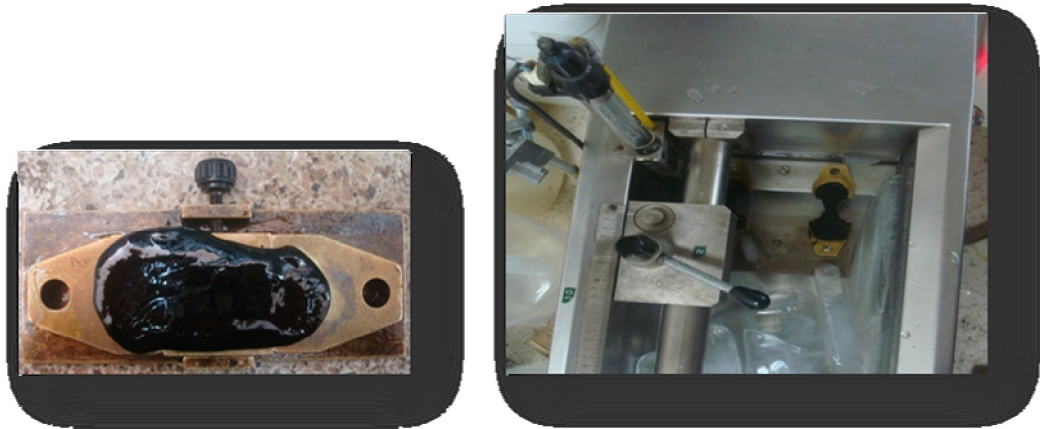
Anexo 4. Fotografías de modificaciones de asfalto y diferentes ensayos realizados para la caracterización del asfalto modificado



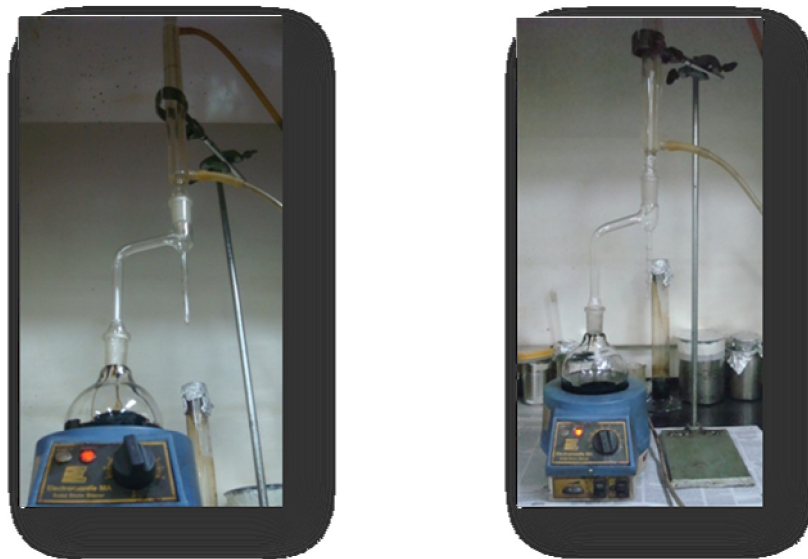
Fotografía 1. Montaje para la modificación de asfalto



Fotografía 2. Vórtice formado debido a la agitación



Fotografía 3. Método de ensayo para la determinación de la ductilidad de los materiales asfálticos (INV E - 702 - 07)



Fotografía 4. Método de ensayo para la determinación del contenido de agua en los materiales asfálticos por destilación (INV E - 704 - 07)



Fotografía 5. Método de ensayo para la determinación de penetración de los materiales asfálticos (INV E 706-07)



Fotografía 6. Método de ensayo para la determinación del punto de ablandamiento de materiales bituminosos (Aparato de anillo y bola) (INV E - 712 - 07)



Fotografía 7. Método para determinar la viscosidad del asfalto empleando el viscosímetro rotacional (INV E - 717 - 07)



Fotografía 8. Método de ensayo en el horno de lámina asfáltica delgada en movimiento (INV E - 720 - 07)



Fotografía 9. Método de ensayo para la determinación de la recuperación elástica por torsión de asfaltos modificados (INV E - 727 - 07)



Fotografía 10. Determination of saturated, aromatic and polar compounds in petroleum products by thin layer chromatography and flame ionization detection (IP ST-G-2)