

**EVALUACIÓN DEL MÉTODO NORMALIZADO EN12606-1 “BETUNES Y
LIGANTES BITUMINOSOS. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CERAS
PARAFÍNICAS: MÉTODO POR DESTILACIÓN”, EN LABORATORIOS DE
CORASFALTOS UTILIZANDO UN ASFALTO ORIGINAL**



RICARDO JOSÉ CARREÑO ZAGARRA

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2009

**EVALUACIÓN DEL MÉTODO NORMALIZADO EN12606-1 “BETUNES Y
LIGANTES BITUMINOSOS. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CERAS
PARAFÍNICAS: MÉTODO POR DESTILACIÓN”, EN LABORATORIOS DE
CORASFALTOS UTILIZANDO UN ASFALTO ORIGINAL**

**Proyecto de Grado para optar por el Título de
Ingeniero Químico**

RICARDO JOSÉ CARREÑO ZAGARRA

CÓD. 33 - 2032015

Director del Proyecto:

Ing. Qco. PhD. Ramiro Martínez Rey

Tutor del Proyecto:

Ing. Qca. PhD. Larissa Chiman

Investigadora CORASFALTOS.

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
Bucaramanga**

CONTENIDO

	Pág.
1	LISTA DE TABLAS.....i
2	LISTA DE GRÁFICASii
3	LISTA DE ECUACIONES..... iii
4	GLOSARIO iv
5	RESUMEN vi
6	ABSTRACT vii
7	INTRODUCCIÓN 1
1.	OBJETIVOS..... 2
1.1	OBJETIVO GENERAL 2
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS 2
2.	MARCO TEÓRICO 3
2.1	EL ASFALTO 3
2.2	COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ASFALTO 3
2.2.1	Asfaltenos 4
2.2.2	Resinas 5
2.2.3	Aromáticos 5
2.2.4	Saturados..... 5
2.3	CERAS 6
3.	EJECUCIÓN DEL ENSAYO.....11
3.1	REACTIVOS Y PRODUCTOS.11
3.2	EQUIPO.....11
3.3	TOMA DE MUESTRAS13

3.4	MÉTODO	13
3.5	CÁLCULOS.....	16
4.	RESULTADOS.....	17
4.1	ANÁLISIS DE RESULTADOS	22
4.2	OBSERVACIONES	23
4.3	RECOMENDACIONES	24
5.	CONCLUSIONES	25
6.	BIBLIOGRAFÍA	26
7.	ANEXOS.....	29
7.1	<i>ANEXO A - INFORMACION DE LA EMPRESA</i>	29
7.2	<i>ANEXO B - MÉTODOS UTILIZADOS PARA DETECTAR CERAS EN ASFALTOS.</i>	31
	7.2.1 Calorimetría de Escaneo Diferencial (DSC, Differential Scanning Calorimetry) 31	
	7.2.2 Microscopía de Luz Polarizada (PLM, Polarised Light Microscopy)	32
	7.2.3 Microscopía de Escaneado Láser Confocal (CLSM, Confocal Laser Scanning Microscopy).....	33
	7.2.4 Microscopía de Electrón de Transmisión (TEM, Transmission Electron Microscopy).....	34
7.3	<i>ANEXO C – VALORES DE “t” PARA INTERVALO DE CERTEZA.</i>	37
7.4	<i>ANEXO D - FOTOGRAFÍAS DEL ENSAYO.</i>	37

1 LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Ensayo # 1	17
Tabla 2. Ensayo # 2	17
Tabla 3. Ensayo # 3	18
Tabla 4. Ensayo # 4	18
Tabla 5. Ensayo # 5	19
Tabla 6. Ensayo # 6	19
Tabla 7. Ensayo # 7	20
Tabla 8. Ensayo # 8	20
Tabla 9. Ensayo # 9	21
Tabla 10. Ensayo # 10	21
Tabla 11. t en función del número efectivo de grados de libertad (γ_i) y del nivel de confianza deseado (N.C).....	37

2 LISTA DE GRÁFICAS

	Pág.
Figura 1. Esquematación de las ceras en bitumen	7
Figura 2. Matraz de destilación para determinación de contenido de ceras (medidas en mm).	12
Figura 3. Esquema del montaje del equipo de destilación.....	14
Figura 4. Estructura de los asfaltenos	¡Error! Marcador no definido.
Figura 5. Estructura de las resinas	¡Error! Marcador no definido.
Figura 6. Estructura de los aromáticos	¡Error! Marcador no definido.
Figura 7. Estructura de los saturados.....	¡Error! Marcador no definido.
Figura 8. Micrografía PLM de un Asfalto "A"	32
Figura 9. Micrografía CLSM de un asfalto "A".	33
Figura 10. Micrografía FF-TEM de un asfalto "A"	34
Figura 11. Micrografía FF-TEM de un asfalto "B"	35
Figura 12. Micrografía FF-TEM de un asfalto "C"	35
Figura 13. Micrografía FF-TEM de un asfalto "D"	36

3 LISTA DE ECUACIONES

	Pág.
Ecuación 1. Cálculo del contenido de parafinas.....	16
Ecuación 2. Desviación estándar experimental.....	22
Ecuación 3. Media aritmética.....	22
Ecuación 4. Intervalo de certeza.....	23

4 GLOSARIO

AGREGADO: Un material granular duro de composición mineralógica, usado para ser mezclado en diferentes tamaños.

AHUELLAMIENTO: Surcos que pueden desarrollarse sobre un pavimento en las huellas de las ruedas. Pueden ser el resultado de una consolidación o movimiento lateral de una o más capas del pavimento bajo efectos del tránsito, o pueden ser generados por un desplazamiento de la superficie misma del pavimento.

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.

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

EMULSIÓN ASFÁLTICA: Cemento asfáltico y agua con una pequeña cantidad de un agente emulsionante. Sistema coloidal que normalmente contiene dos fases inmiscibles asfalto y agua.

PARAFINAS: Nombre común de un grupo de hidrocarburos alcanos de fórmula general C_nH_{2n+2} ; Las formas sólidas de parafina, llamadas cera de parafina, provienen de las moléculas más pesadas C_{20} a C_{40} . Cristalizan en una mezcla al 50% (V/V) de éter y etanol a temperaturas de hasta $-20\text{ }^\circ\text{C}$, que se obtiene por un proceso específico y su punto de fusión es superior a $25\text{ }^\circ\text{C}$

PORCENTAJE DE ASFALTO: Es la suma del valor del asfalto efectivo más el ligante absorbido por el agregado.

PRECISION: Grado de acuerdo entre resultados mutuamente independientes de un ensayo, obtenidos bajo condiciones específicas.

VISCOSIDAD: Resistencia que ofrece un fluido a la deformación, debida básicamente al rozamiento interno de las partículas.

VISCOSIDAD ABSOLUTA: Resultado del método usado para medir viscosidad usando el poise como la unidad de medida. Este método hace uso de un vacío parcial para inducir flujo en el viscosímetro.

VISCOSIDAD CINEMATICA: Resultado del método usado para medir viscosidad, usando el stoke como la unidad de medida.

5 RESUMEN

TITULO: Evaluación del método normalizado EN12606-1 “Betunes y ligantes bituminosos. Determinación del contenido de ceras parafínicas: método por destilación”, en laboratorios de CORASFALTOS utilizando un asfalto original. *

AUTOR: RICARDO JOSÉ CARREÑO ZAGARRA**

PALABRAS CLAVES: parafinas, destilación, cristalización, filtración.

De acuerdo al convenio de práctica empresarial establecido entre CORASFALTOS y la Universidad Industrial de Santander (UIS), se requirió llevar a cabo el estudio para evaluar un procedimiento de análisis estandarizado. Durante el proceso de conocimiento de la empresa se identificó una necesidad susceptible de intervención en el tiempo destinado para la práctica basada en la implementación de un nuevo ensayo para la caracterización fisicoquímica del asfalto, la determinación del contenido de ceras parafínicas de las muestras asfálticas. Para tal fin, se tuvo como referencia la norma europea EN-12606-1; se sometió una muestra asfáltica de 25 g a elevadas temperaturas (aprox. 500 °C) mediante un proceso de destilación especificado, obteniendo un producto destilado con parafinas disueltas del cual se tomó una alícuota de 3 ml y se le adicionó 50ml de una mezcla al 50%(V/V) de éter y etanol para una posterior cristalización de las ceras a temperaturas de hasta -20 °C. Se realizó un proceso de filtración al vacío para la separación física de los cristales de cera de la solución y a continuación se disolvieron los cristales retenidos en el papel filtro con 50ml de hexano caliente. La solución hexano-parafinas se sometió a la acción de un rotoevaporador a una temperatura de 70°C, un vacío de 400 mmHg y aproximadamente 60 rpm, para extraer el hexano y obtener un producto más rico en parafinas, el cual, finalmente se introdujo en un horno a 125°C durante 1 hora para evaporar el resto del hexano existente. Con el producto final se realizaron los cálculos correspondientes para determinar el contenido de ceras parafínicas de una muestra asfáltica y se analizaron los resultados obtenidos en los diferentes ensayos determinando la incertidumbre en la medición.

* Proyecto de Grado

** Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Ph.D. Ramiro Martínez Rey. Codirector: Ph.D. Larissa Chiman

6 ABSTRACT

TITLE: Evaluation of the normalized method EN12606-1 "Bitumens and bituminous binders. Determination of the paraffinic wax content: method by distillation ", in CORASFALTOS's laboratories using an original asphalt. *

AUTHOR: RICARDO JOSÉ CARREÑO ZAGARRA **

KEY WORDS: paraffins, distillation, crystallization, filtration.

In accordance with the established internship agreement between CORASFALTOS and the Universidad Industrial de Santander (UIS), it was required to carry out the study to evaluate a standardized procedure of analysis. During The process of knowledge of the company a need capable of intervention was identified in the time destined for the practice based in the implementation of a new test for the physicochemical characterization of the asphalt, the determination of the content of paraffinic waxes of the asphalt samples. For such an purpose, there was had as reference the European norm EN-12606-1; There surrendered an asphalt sample of 25g to high temperatures (proxy. 500°C) by means of a specified process of distillation, obtaining a distilled product with dissolves paraffins, which, there took an aliquot of 3ml and there were added 50ml of a mixture 50 % (V/V) of ether and ethanol for a later crystallization of the waxes to temperatures of up to -20°C. A process of filtration was realized to the emptiness for the physical separation of the crystals of wax of the solution and later the crystals retained in the filter paper were dissolved with 50ml of warm hexane. The solution hexane-paraffins surrendered to the action of a Rotoevaporador to a temperature of 70°C, one pressure of 400 mmHg and approximately 60 rpm, to extract the hexane and to obtain a richer product in paraffins, which, finally got in an oven to 125°C for 1 hour to evaporate the rest of the existing hexane. With the final product the corresponding calculations were realized for to decide the paraffinic wax content of an asphalt sample and there were analyzed the results obtained in the different tests determining the uncertainty in the measurement.

* Project of Grade

** Faculty of Physiochemical Engineerings. School of Chemical Engineering. Director: Ph.D. Ramiro Martínez Rey. Codirector: Ph.D. Larissa Chiman.

7 INTRODUCCIÓN

En la actualidad las carreteras en nuestro país requieren de mantenimiento funcional y estructural antes de lo previsto, lo cual significa que las estructuras no están cumpliendo con la vida útil para la cual fueron diseñadas, y una de las causas más probables de ésta problemática se relaciona con la calidad del asfalto que se utiliza. Es precisamente aquí donde juegan un papel importante las ceras en el asfalto, las cuales normalmente se han considerado una variante negativa en la calidad del asfalto por lo cual muchos asfaltos incluyen dentro de sus especificaciones requerimientos relacionados con el contenido de ceras.

Las ceras las podemos encontrar prácticamente en todos los asfaltos y pueden afectar de muchas maneras sus propiedades en un grado mayor o menor. En algunos de los casos su influencia podría resultar negativa originando un aumento en la sensibilidad al agrietamiento o la deformación plástica en pavimentos de concreto asfáltico. En otros casos se pueden observar efectos positivos como el aumento de la rigidez a temperaturas elevadas lo cual conlleva a una mejor resistencia al ahuellamiento que es uno de los problemas más comunes en las vías.

En la literatura, con base en estudios realizados, se han reportado variaciones en los efectos de las ceras sobre los asfaltos dependiendo de la cantidad de ceras que éstos contengan, por lo cual las constructoras solicitan a sus proveedores incluir especificaciones en cuanto al contenido de ceras en el asfalto. Para ampliar un poco más su campo de acción y satisfacer a sus clientes, CORASFALTOS ve la necesidad de implementar un nuevo ensayo para la caracterización del asfalto, determinando el contenido de ceras en muestras asfálticas basado en el método de la norma europea EN 12606-1 en el cual se hizo énfasis en el tiempo destinado para ésta práctica.

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

Realizar ensayos en el área de laboratorio obteniendo la experiencia en el análisis fisicoquímico de asfaltos, brindando soporte en los servicios y actividades de investigación de la corporación.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Ensayar y evaluar un nuevo método dentro de la corporación, para la determinación del contenido de ceras parafínicas en muestras asfálticas.
- Elaborar un informe final de gestión CORASFALTOS-UIS dando a conocer el enfoque de la práctica empresarial.
- Implementar los procedimientos técnicos para la evaluación y análisis fisicoquímicos de asfaltos, con base en las normas preestablecidas.
- Analizar y evaluar los resultados que se están obteniendo para asegurar la calidad de los mismos.
- Cumplir con las políticas establecidas por la organización para la protección física y confidencialidad de la información de los clientes.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 EL ASFALTO

Es un material cementante, de consistencia variable, entre sólido y semisólido, a temperaturas ambientales normales. Al calentarse, se ablanda y se vuelve líquido siendo de ésta manera muy útil en pavimentación al cubrir las partículas de agregado durante la producción de la mezcla en caliente.

El asfalto podemos encontrarlo en yacimientos naturales o como un producto de la refinación del petróleo mediante procesos como destilación por vacío, separando el asfalto del crudo mediante la aplicación de calor y vacío, o extracción con solventes donde se remueven más gasóleos del crudo, dejando así un asfalto residual. Una vez procesados los asfaltos, se pueden mezclar entre sí, para producir asfaltos con características intermedias.

2.2 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ASFALTO

El asfalto debe ser un material duradero para que su rendimiento en las carreteras sea bueno, para esto necesita buenas propiedades físicas que proporcionen el comportamiento deseado y la suficiente resistencia a los cambios que ocurrirán en sus propiedades durante el tiempo de servicio. Dicho rendimiento está directamente relacionado con la composición química del asfalto.

El asfalto es una mezcla con un promedio de alrededor de 500 a 700 componentes químicos. Elementalmente está formado por un 95% de carbono e hidrógeno ($\pm 87\%$ C y $\pm 8\%$ H), hasta un 5% de azufre, entre 0,5-2% de nitrógeno, mínimas cantidades de oxígeno y alrededor de 2000 ppm de metales.

El asfalto se puede separar en 4 fracciones con propiedades relacionadas a su reactividad química y propiedades reológicas¹; estas fracciones son:

- Asfaltenos
- Resinas (polar-aromáticos)
- No polar aromáticos (nafteno-aromáticos)
- Saturados

2.2.1 Asfaltenos

Están constituidos por hidrocarburos aromáticos condensados de tamaño sustancial que contienen cadenas laterales de hasta 30 átomos de carbono y grupos funcionales con presencia de heteroátomos (O, N y S) que le confieren alta polaridad.²

Su peso molecular oscila en un rango de 1000 a 100000. Debido a su alta viscosidad le confieren una consistencia densa al asfalto. Al aumentar el contenido de asfaltenos se produce un endurecimiento del asfalto y una baja penetración, alto punto de ablandamiento y en consecuencia una alta viscosidad. En conclusión, al aumentar la cantidad de asfaltenos, el asfalto se hace más difícil de fluir.

Químicamente son muy similares a las resinas, excepto que en promedio éstos tienen más heteroátomos por molécula que las resinas.

¹ BERKERS, R. Doctoral thesis: "Influence of chemical composition on the performance of bitumen". Tshwane University of Technology, 2005. p23

² AFANASIEVA, N.; ALVAREZ, M.; Estudio del envejecimiento de los asfaltos colombianos bajo la acción de algunos factores climáticos. Publicaciones UIS. Bucaramanga. Diciembre 2004. P13.

2.2.2 Resinas

Están formadas por la condensación de anillos aromáticos sustituidos por cadenas alifáticas cortas. Su peso molecular está en un rango de 500 a 50000, son de carácter muy polar por lo cual son fuertemente adhesivas. Al igual que los asfaltenos tienen pequeñas cantidades de O, S y N, pero un gran número de moléculas las cuales contiene átomos de O y N. Al menos la mitad de los metales del asfalto (vanadio, níquel, hierro, etc.) se encuentran en esta fracción. Las resinas proporcionan al asfalto sus propiedades cementantes y actúan como peptizantes de los asfaltenos; aumentan el punto de ablandamiento y en especial la ductilidad, y disminuyen la penetración.³

2.2.3 Aromáticos

Están presentes en el asfalto como aromáticos polares y no polares, ambos contienen sistemas de anillos aromáticos condensados y grupos funcionales. Los aromáticos polares son más viscosos y de color más oscuro que los no polares los cuales son de color amarillo a naranja. Junto con los saturados, hacen parte de los aceites en el asfalto y se consideran los plastificantes del bitumen.

Pueden contener hidrocarburos aromáticos con o sin átomos de N, S, O. Poca es su influencia en el punto de ablandamiento y el índice de penetración; aumentan la susceptibilidad térmica y producen flujo complejo en el asfalto.⁴

2.2.4 Saturados

Contienen entre 20 y 70 átomos de carbonos de hidrocarburos saturados normales y de cadena ramificada, hidrocarburos saturados cíclicos y una pequeña proporción de hidrocarburos aromáticos. Con un peso molecular en el rango de

³ AFANASIEVA, N.; ALVAREZ, M.; Estudio del envejecimiento de los asfaltos colombianos bajo la acción de algunos factores climáticos. Publicaciones UIS. Bucaramanga. Diciembre 2004. P.15.

⁴ Ibid., P.14.

300 a 1500. Son aceites viscosos no polares, de color pálido o blanco y contienen la mayoría de los componentes cerosos del bitumen.

Los saturados disminuyen la viscosidad y la susceptibilidad térmica, y aumentan la penetración; Son resistentes a la oxidación, de menor poder de adherencia y causan deformación en el asfalto.⁵

2.3 CERAS

Algunos crudos contienen considerables cantidades de ceras, las cuales se cristalizan al descender la temperatura y pueden causar serios problemas en los oleoductos y equipos de proceso a causa de su precipitación. La presencia de ceras en el asfalto usualmente se considera perjudicial, tanto que en algunos países se incluye un límite del contenido de ceras en las especificaciones de los ligantes. Estas han sido de gran interés desde hace mucho tiempo, particularmente lo que refiere a sus efectos sobre la calidad del asfalto y los métodos para determinar su contenido.

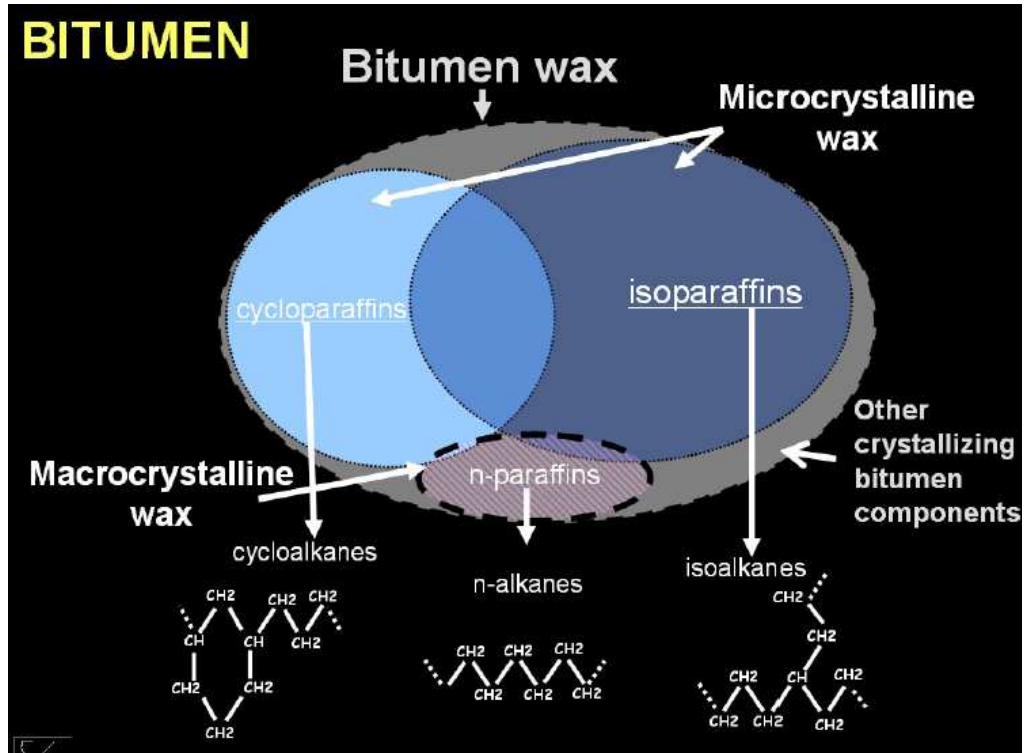
Los dos tipos fundamentales de ceras generalmente reconocidos en crudos y productos destilados son las ceras macrocristalinas y las ceras microcristalinas.⁶

Las ceras macrocristalinas son materiales altamente cristalinos, con una estructura de cristales largos, con pocas o sin ramas. Están compuestas principalmente de n-parafinas (n-alcanos) sin o con una muy pequeña cantidad de iso- y cicloparafinas. Cristalizan en forma de platos a temperaturas de hasta -20°C y su punto de fusión se encuentra entre 20-30 °C.

⁵ AFANASIEVA, N.; ALVAREZ, M.; Estudio del envejecimiento de los asfaltos colombianos bajo la acción de algunos factores climáticos. Publicaciones UIS. Bucaramanga. Diciembre 2004. P14.

⁶ EDWARDS, Y.; REDELIUS, P.; "Rheological Effects of Waxes in Bitumen". Energy & Fuels (2003) 17, p511.

Figura 1. Esquematzación de las ceras en bitumen



Fuente: EDWARDS, Y.; Doctoral thesis: Influence of Waxes in Bitumen and Asphalt Concrete Mixture Performance”. Stockholm. KTH. 2005.

Las ceras microcristalinas son compuestos hidrocarbonados alifáticos con una considerable cantidad de iso-n y cicloparafinas, y pequeñas cantidades de n-parafinas. Poseen una estructura con cristales más finos que las ceras macrocristalinas. Estas cristalizan en forma de pequeñas agujas, se caracterizan por su alto peso molecular promedio, ocasionando altas viscosidades al comparar con las ceras macrocristalinas.

En la literatura se han reportado variedad de efectos de las ceras en la reología del asfalto a bajas y altas temperaturas, tanto para ceras macrocristalinas como para ceras microcristalinas; el efecto puede ser negativo o positivo y dependiente del peso molecular y su distribución para cierto tipo de ceras. Sin embargo los efectos de las ceras sobre la calidad del asfalto realmente dependen de muchos

factores, en especial de las características estructurales de la cera y de la composición química del bitumen en general.⁷

2.3.1 Efectos negativos de las ceras en el comportamiento del asfalto

Los factores que influyen el efecto de las ceras sobre el asfalto son la composición química y el comportamiento reológico del asfalto; así como el contenido de las ceras, su composición química y su estructura cristalina.

Estudios realizados han demostrado que la fusión de las ceras a elevadas temperaturas disminuye la viscosidad del asfalto, lo cual trae un efecto negativo sobre la resistencia del asfalto ante el ahuellamiento, mientras que la cristalización de la cera a baja temperatura puede incrementar la rigidez del bitumen y reducir la ductilidad, conduciendo de igual manera a efectos negativos como el agrietamiento del asfalto.

Los efectos más notorios relacionados con las ceras, los podemos citar como se muestra a continuación:⁸

- Las ceras pueden mostrar efectos negativos durante la compactación de una mezcla de asfalto como resultado de un repentino incremento de la viscosidad. El concreto asfáltico puede además tornarse sensible al ahuellamiento como resultado de un decrecimiento de la viscosidad causado por las ceras a elevadas temperaturas.
- Las ceras pueden hacer al bitumen más frágil y al concreto asfáltico más propenso a fisuramiento y endurecimiento físico a bajas temperaturas.

⁷ LU, X.; SOENEN, H.; REDELIUS, P. Impact of bitumen wax on asphalt performance – low temperature cracking. Nynas Bitumen, SE – 149 82 Nynäshamn, Sweden. p1.

⁸EDWARDS, Y.; REDELIUS, P.; “Rheological Effects of Waxes in Bitumen”. Energy & Fuels (2003) 17, p511.

- Las ceras pueden mostrar un efecto negativo en la adherencia entre el asfalto y los agregados. La habilidad de humedecer el agregado puede disminuir a causa del carácter hidrofóbico de la cera.
- Las ceras pueden reducir la cohesión del asfalto, la cual es crítica especialmente para capas asfálticas delgadas. Inhomogeneidades en el asfalto, causadas por los cristales de cera, pueden reducir la ductilidad a bajas temperaturas.

A causa de los efectos reportados de las ceras sobre el desempeño de los asfaltos, un límite sobre el contenido de cera ha sido tomado como uno de los criterios de especificación para materiales bituminosos en algunos países, por lo cual muchas constructoras solicitan a sus proveedores incluir especificaciones en cuanto al contenido de ceras en el asfalto.

2.3.2 Determinación del contenido de ceras en asfaltos

Para determinar el contenido de ceras en asfaltos existen diferentes métodos y todos ellos muestran resultados diferentes entre sí para una misma muestra de asfalto, lo cual ha causado problemas durante muchos años y es el motivo principal por el cual existen opiniones muy diferentes en cuanto al efecto de las ceras en el asfalto.

La mayoría de los métodos utilizados constan de dos etapas, una de separación y otra de precipitación de las ceras. La separación se ha hecho por adsorción de componentes polares combinado con extracciones con solvente de aceites neutros y ceras o aún por el método de destilación. La precipitación de ceras significa aislar las ceras del resto de la fracción neutra utilizando un solvente que no disuelva la cera a bajas temperaturas. La cera se cristaliza y entonces podrá ser filtrada. Ambos resultados dependen cualitativa y cuantitativamente del solvente y de la temperatura de precipitación utilizada.

En los anexos del presente estudio se hace una descripción general de los métodos comúnmente utilizados para detectar el contenido de ceras en el asfalto y se muestran imágenes obtenidas en los diferentes métodos para un mismo tipo de asfalto "A". En asfaltos la mayoría de esas técnicas mencionadas más adelante, básicamente se utilizan para determinar la presencia de las ceras, su estructura y su cristalización; a la hora de determinar el contenido de ceras como tal, son más utilizadas las técnicas de *Cromatografía de Exclusión de Tamaño (SEC, Size Exclusion Chromatography)* método por el cual las moléculas de diferentes tamaños son separadas mediante partículas porosas, generalmente aplicable a grandes moléculas o complejos macromoleculares, también utilizada para determinar pesos moleculares y la distribución del peso molecular de los polímeros. Moléculas que son más pequeñas que el tamaño del poro de la partícula pueden entrar en las partículas y, por tanto, tendrán un camino y un tiempo de tránsito más largo que las grandes moléculas que no pueden entrar en las partículas; además existen dos normas europeas denominadas *método por destilación* y *método por extracción*. El primer método determina el contenido de ceras parafínicas del bitumen de un producto destilado por un proceso determinado de destilación que toma lugar a una temperatura elevada (500°C). El segundo método consta de tres pasos; extracción de asfaltenos con destilados del petróleo, extracción de componentes aromáticos con óleo y finalmente cristalización de ceras con éter-etanol a -20°C.

Durante el tiempo destinado para la práctica en los laboratorios de CORASFALTOS se trabajó en el método por destilación mencionado anteriormente, con las especificaciones dadas por la norma europea EN12606-1*, utilizando un asfalto original.

* EUROPEAN STANDARD EN 12606-1, Bitumen and bituminous binders – Determination of The paraffin wax content – Part 1: Method by distillation, 1999.

3. EJECUCIÓN DEL ENSAYO

El objetivo planteado fue la implementación de un nuevo ensayo para la caracterización fisicoquímica de asfaltos; la determinación del contenido de ceras parafínicas en asfaltos, cuyo ensayo pudiese resultar útil para CORASFALTOS.

A la Universidad va a servir como base para alimentar presentes y futuras investigaciones en laboratorios que contemplen la determinación del contenido de ceras en muestras asfálticas. Para CORASFALTOS es de gran utilidad debido a que se evalúa un nuevo método que a futuro podría ser catalogado entre los servicios que prestase la corporación a sus clientes, expandiendo de esta manera su cobertura y compitiendo con entidades que actualmente ofrecen dicho servicio.

Para este ensayo se utilizó una única muestra de asfalto; A continuación se detalla el procedimiento utilizado, para finalmente observar los resultados obtenidos y concluir que tan eficaz fue la ejecución del ensayo.

3.1 REACTIVOS Y PRODUCTOS.

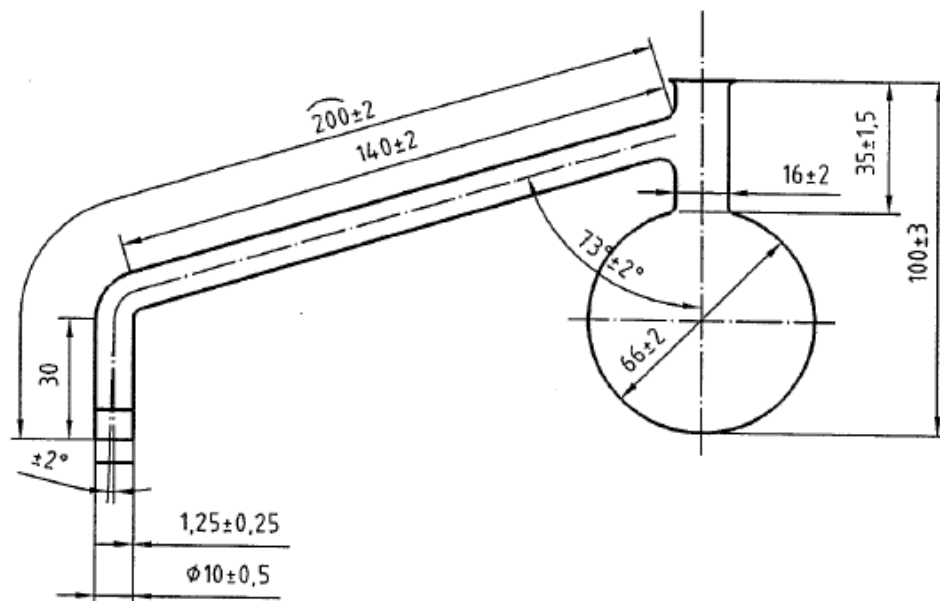
- Generalidades: se utilizaron reactivos de calidad analítica.
- Etoxi-etano (dietil-éter) (MERCK, $\geq 99.7\%$ Pureza).
- Etanol, absoluto (MERCK, $\geq 99.9\%$ Pureza)
- Hexano (MERCK, $\geq 96,0\%$ Pureza)
- Nieve Carbónica, sólida (Hielo seco)
- Mezcla al 50% (V/V) de dietil-éter y etanol.

3.2 EQUIPO.

Material de vidrio y equipos normales de laboratorio, y además:

- Horno, capaz de mantener una temperatura de $(125 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$. (Thermolyne 9000)
- Rotoevaporador, a $70 \text{ }^\circ\text{C}$, 60 rpm y 400 mmHg. (BÜCHI R-124)
- Termómetro para la muestra. Un termómetro de varilla, con escala de -50°C a $+50^\circ\text{C}$, con subdivisiones cada 1°C , inmersión de $(180 \pm 5) \text{ mm}$ y diámetro exterior de la varilla de $(10 \pm 0,5) \text{ mm}$.
- Matraz de destilación, con tapón de corcho, como se muestra en la *figura 12*.

Figura 2. Matraz de destilación para determinación de contenido de ceras (medidas en mm).



Fuente: Bitumen and bituminous binders – Determination of the paraffin wax content – Part 1: Method by distillation; EUROPEAN STANDARD EN 12606-1; 1999.

- Matraz Erlenmeyer, de 100ml para utilizarlo como recipiente de la destilación y con tapón de corcho acanalado a todo lo largo de su superficie exterior.
- Matraz de filtrado, de 500ml, con dispositivos para hacer el vacío.

- Filtro redondo, para análisis cuantitativo, de paso medio.
- Balón fondo redondo, de 250 ml con una base mantener en forma vertical.
- Balanza, de ± 10 mg de precisión (SCIENTECH, SA 210D)
- Mechero de laboratorio
- Desecador
- Cronómetro
- Pinzas

3.3 TOMA DE MUESTRAS

Se debe asegurar que la muestra de laboratorio sea homogénea y que no esté contaminada, tomando todas las medidas de seguridad necesarias y asegurar que la muestra de ensayo sea representativa de la muestra de laboratorio de la que ha sido extraída.

El ensayo se debe llevar a cabo con dos muestras de $25 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$.

3.4 MÉTODO

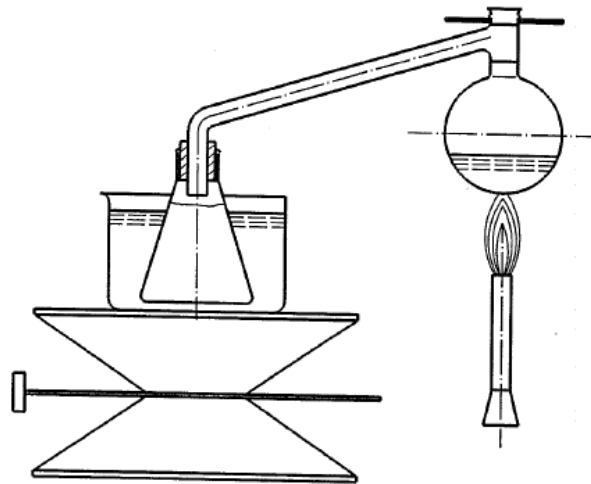
Se calienta la muestra hasta asegurar que esté completamente fluida. Se vierten (25 ± 1)g en el matraz de destilación y se pesan con aproximación de 10 mg (masa M_B).

- ***Destilación:***

Se calienta el matraz con el mechero de laboratorio, con una llama débil de unos 15cm de altura (sin cono de llama) justo cuando deja de ser luminosa, de forma que la primera gota empiece a caer de 3 min. a 4 min. después. Se debe asegurar que los vapores producidos durante la destilación se van condensando, pesando, con aproximación de 10 mg el matraz Erlenmeyer en el que debe entrar

completamente el tramo final del tubo del colector y sumergir el Erlenmeyer todo lo que se pueda en una mezcla de hielo bien triturado y agua de forma que se pueda observar y comprobar la velocidad de destilación (ver *figura 13*).

Figura 3. Esquema del montaje del equipo de destilación.



Fuente: Bitumen and bituminous binders – Determination of the paraffin wax content – Part 1: Method by distillation; EUROPEAN STANDARD EN 12606-1; 1999.

Se regula la velocidad de destilación de forma que cada segundo, caiga 1 gota en el recipiente de destilación. Se continúa el calentamiento, sin ajustar la llama del mechero, hasta que se reduzca la velocidad de destilación y no caiga ninguna gota durante 10 s o hayan transcurrido 15 min. desde el principio de la destilación.

Se sigue calentando otro minuto más con una llama no luminosa hasta que el fondo del matraz tome color rojo. Completar la destilación en 15 min. como máximo. No pasar al matraz de destilación el condensado que quede en el tubo de salida después de la destilación.

Se homogeniza bien el destilado calentándolo suavemente al mismo tiempo que se agita el matraz. Enfriar en un desecador a temperatura ambiente y pesar el destilado contenido en el recipiente con aproximación de 10 mg (masa M_D).

- ***Cristalización:***

Agregar entre 2 g y 4 g de destilado en un Erlenmeyer de 125ml y disolver en 25ml de éter y añadir alrededor de 25ml de etanol (los gramos de destilado agregados se registran como M_E). Agitar e incorporar el termómetro dentro de la muestra para luego introducir en un baño de refrigeración, añadiendo nieve carbónica (hielo seco) hasta alcanzar una temperatura de $(-22 \pm 1) \text{ }^\circ\text{C}$ para asegurar que la temperatura de la muestra se mantenga a $(-20 \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$ que será necesaria mas adelante. La muestra se somete a refrigeración junto con el filtro y (30 ± 1) ml de líquido de lavado durante un período de 20 min. contados desde el momento en que se alcanza la temperatura de ensayo.

- ***Filtración:***

Conectar el filtro redondo al matraz de filtrado y favorecer el filtrado creando un vacío moderado, por encima de 5 kPa. Trasvasar rápidamente al filtro la masa espesa de cristales producidos, lavando el Erlenmeyer de 125ml que contiene la muestra con el líquido de lavado, de la misma manera que el filtro redondo, para arrastrar los cristales que se adhieran a las paredes.

Una vez terminado el filtrado, acoplar el filtro a otro matraz de filtración y disolver el residuo de parafinas rociándolo cuidadosamente con 30 ml de hexano caliente; disolver de igual forma cualquier resto de parafinas que pudiera quedar adherido al termómetro o al Erlenmeyer de 125 ml.

Trasvasar cuidadosamente el hexano mezclado con las ceras disueltas al balón fondo redondo de 250ml, previamente pesado junto con su base, para evaporar la mezcla de filtrados en un Rotoevaporador que opere a $70 \text{ }^\circ\text{C}$, 60 rpm y un vacío de 400 mmHg, hasta el punto en el cual la cantidad de filtrados sea mínima.

Secar el residuo durante un tiempo no mayor a 1 hora en el horno a $(125 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ y después de enfriarlo en el desecador determinar la masa del balón fondo redondo con su respectiva base, para calcular la masa final de parafinas (masa M_A).

3.5 CÁLCULOS.

Se calcula el contenido de parafinas C_p expresado en porcentaje de masa, aplicando la siguiente ecuación:

Ecuación 1. Cálculo del contenido de parafinas

$$C_P = \frac{M_D \times M_A}{M_B \times M_E} \times 100$$

Donde

M_B es la masa inicial de asfalto, en gramos;

M_E es la masa de la alícuota de destilado, en gramos;

M_D es la masa inicial de destilado, en gramos;

M_A es la masa final de parafinas, en gramos.

4. RESULTADOS

El ensayo se realizó diez veces en el laboratorio, tomando dos muestras de cada producto destilado y los resultados se presentan tabulados a continuación:

Tabla 1. Ensayo # 1

Peso de asfalto (M_B), g	25,142
Peso destilado TOTAL inicial (M_D), g	14,219
Alícuota # 1	
Peso del destilado (M_E), g	2,923
Peso de CERAS (M_A), g	0,104
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	2,012
Alícuota # 2	
Peso del destilado (M_E), g	2,707
Peso de CERAS (M_A), g	0,097
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	2,027
PROMEDIO	2,019

Tabla 2. Ensayo # 2

Peso de asfalto (M_B), g	25,527
Peso destilado TOTAL inicial (M_D), g	12,994
Alícuota # 1	
Peso del destilado (M_E), g	3,065
Peso de CERAS (M_A), g	0,084
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,395
Alícuota # 2	
Peso del destilado (M_E), g	2,650
Peso de CERAS (M_A), g	0,123
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	2,363

PROMEDIO	1,879
-----------------	--------------

Tabla 3. Ensayo # 3

Peso de asfalto (M_B), g	25,207
Peso destilado TOTAL inicial (M_D), g	15,789
Alícuota # 1	
Peso del destilado (M_E), g	3,845
Peso de CERAS (M_A), g	0,046
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	0,827
Alícuota # 2	
Peso del destilado (M_E), g	2,854
Peso de CERAS (M_A), g	0,085
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,866
PROMEDIO	1,346

Tabla 4. Ensayo # 4

Peso de asfalto (M_B), g	25,131
Peso destilado TOTAL inicial (M_D), g	12,762
Alícuota # 1	
Peso del destilado (M_E), g	2,914
Peso de CERAS (M_A), g	0,079
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,384
Alícuota # 2	
Peso del destilado (M_E), g	2,686
Peso de CERAS (M_A), g	0,073
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,380
PROMEDIO	1,382

Tabla 5. Ensayo # 5

Peso de asfalto (M_B), g	25,403
Peso destilado TOTAL inicial (M_D), g	13,523
Alícuota # 1	
Peso del destilado (M_E), g	2,798
Peso de CERAS (M_A), g	0,058
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,103
Alícuota # 2	
Peso del destilado (M_E), g	2,715
Peso de CERAS (M_A), g	0,046
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	0,902
PROMEDIO	1,003

Tabla 6. Ensayo # 6

Peso de asfalto (M_B), g	25,334
Peso destilado TOTAL inicial (M_D), g	14,587
Alícuota # 1	
Peso del destilado (M_E), g	3,015
Peso de CERAS (M_A), g	0,066
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,224
Alícuota # 2	
Peso del destilado (M_E), g	3,290
Peso de CERAS (M_A), g	0,088
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,540
PROMEDIO	1,382

Tabla 7. Ensayo # 7

Peso de asfalto (M_B), g	25,186
Peso destilado TOTAL inicial (M_D), g	14,379
Alícuota # 1	
Peso del destilado (M_E), g	3,143
Peso de CERAS (M_A), g	0,074
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,344
Alícuota # 2	
Peso del destilado (M_E), g	3,232
Peso de CERAS (M_A), g	0,093
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,643
PROMEDIO	1,493

Tabla 8. Ensayo # 8

Peso de asfalto (M_B), g	25,683
Peso destilado TOTAL inicial (M_D), g	16,358
Alícuota # 1	
Peso del destilado (M_E), g	3,159
Peso de CERAS (M_A), g	0,099
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,996
Alícuota # 2	
Peso del destilado (M_E), g	3,236
Peso de CERAS (M_A), g	0,059
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,161
PROMEDIO	1,579

Tabla 9. Ensayo # 9

Peso de asfalto (M_B), g	25,476
Peso destilado TOTAL inicial (M_D), g	12,666
Alícuota # 1	
Peso del destilado (M_E), g	3,288
Peso de CERAS (M_A), g	0,067
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,013
Alícuota # 2	
Peso del destilado (M_E), g	3,230
Peso de CERAS (M_A), g	0,065
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,001
PROMEDIO	1,007

Tabla 10. Ensayo # 10

Peso de asfalto (M_B), g	25,403
Peso destilado TOTAL inicial (M_D), g	11,826
Alícuota # 1	
Peso del destilado (M_E), g	3,065
Peso de CERAS (M_A), g	0,071
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	1,078
Alícuota # 2	
Peso del destilado (M_E), g	2,944
Peso de CERAS (M_A), g	0,047
CONTENIDO DE CERAS (C_P)	0,743
PROMEDIO	0,911

4.1 ANÁLISIS DE RESULTADOS

Para medir la precisión o el grado de concordancia entre los resultados del ensayo al aplicar el método repetidamente sobre muestras homogéneas, se puede expresar como la desviación estándar o coeficiente de variación de las mediciones, calculado con la expresión:

Ecuación 2. Desviación estándar experimental

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - X)^2}{n - 1}}$$

Donde,

n es el número de resultados obtenidos;

x_i corresponde a los valores promedios;

X es el valor de la media de los resultados, que a su vez se obtiene mediante la expresión:

Ecuación 3. Media aritmética

$$X = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

Entonces:

$$X = \frac{2,019 + 1,879 + 1,346 + 1,382 + 1,003 + 1,382 + 1,493 + 1,579 + 1,007 + 0,911}{10}$$

$$X = 1,40 \text{ (\%)}$$

Reemplazando en la ecuación 2 obtenemos:

$$S = 0,3664 \text{ (\%)}$$

Esta precisión es una medida de la Repetibilidad de los resultados de las mediciones, la cual refleja una buena cercanía para datos de ensayos obtenidos por un mismo operador con un mismo equipo, en condiciones de operación constante para un idéntico material de ensayo.

Para calcular la duda que existe con respecto al resultado de la medición o la incertidumbre de la medición, la expresamos mediante dos números denominados: intervalo y nivel de confianza.

El intervalo se refiere al margen de duda de cualquier medición y el nivel de confianza indica la seguridad del “valor verdadero” dentro del intervalo. Los resultados se recomiendan reportarlos de la siguiente manera:

Ecuación 4. Intervalo de certeza

$$X \pm t(S / \sqrt{n-1})$$

Los valores de t se encuentran tabulados como muestra la *tabla 32*. Para la estimación se considera tener un nivel de confiabilidad del 95% y un número efectivo de grados de libertad $\gamma_i = n - 1$. De acuerdo con la *tabla 11* del ANEXO C, para nuestro caso el valor de t será 2,26.

Entonces el intervalo de confianza resulta:

$$1,40 \pm 0,276$$

4.2 OBSERVACIONES

Es de importancia resaltar la gran ventaja de utilizar éste método debido a que no exige la implementación de equipos sofisticados por lo cual se puede ejecutar de manera efectiva en cualquier laboratorio que cuente con los requerimientos necesarios según la norma establecida, garantizando también buenos resultados con una buena aplicación del procedimiento por parte del personal encargado.

Un factor que puede influir en el momento de comparar resultados obtenidos de varios laboratorios es la temperatura ambiente bajo la cual se lleva a cabo el procedimiento y la norma utilizada no especifica bajo qué condiciones de temperatura es recomendable hacer el ensayo.

En ocasiones se pueden llegar a obtener porcentajes de ceras mayores al valor real ya que se trata de un método destructivo con el cual las cadenas laterales de aromáticos pueden romper y pasar a la fracción de destilado debido a la alta temperatura con que se realiza el proceso de destilación, que debe estar alrededor de 500 °C, lo cual es una variable que no se controla durante la ejecución del ensayo.

4.3 RECOMENDACIONES

Durante la ejecución del ensayo es de gran importancia tener en cuenta las indicaciones dadas por la norma en el proceso de destilación, del cual dependen en gran parte los resultados finales e igualmente en todo el proceso general, cumpliendo con todas las especificaciones para que los resultados sean verídicos.

Durante el calentamiento de la muestra se debe procurar mantener un flujo de vapores constantes, lo que requiere de un calentamiento uniforme, evitando sobrecalentamientos locales para que los vapores no pasen de manera tan rápida que no alcancen a condensarse y se pierda en ellos un contenido de ceras que afectaría los resultados en su totalidad.

Es de gran importancia la obtención de muestras representativas homogéneas y la calibración de los instrumentos empleados durante el proceso de medición ya que son factores que condicionarán la precisión en los resultados.

Se aconseja tomar siempre las medidas en espacios de tiempo no muy alejados y en las debidas condiciones ambientales para no afectar los resultados del ensayo.

5. CONCLUSIONES

La práctica empresarial brindó la oportunidad de trabajar en un laboratorio acreditado (S.I.C.) y certificado (ICONTEC), adquiriendo conocimiento especializado en un área específica, que consolida la línea de investigación y trabajo en la carrera profesional, consiguiendo habilidades, con fundamento científico, para realizar diversos ensayos sobre asfaltos y mezclas asfálticas con criterio práctico para la toma de decisiones al participar en un grupo interdisciplinario de un centro de investigación desarrollo e innovación (I+D+I) certificado por el Instituto Panamericano de Carreteras y validado como entidad correspondiente por la Sociedad Colombiana de Ingenieros.

Se implementó un nuevo ensayo dentro de la corporación, para la caracterización fisicoquímica de asfaltos, obteniendo resultados satisfactorios, para de esta manera establecerlo en un futuro dentro de los servicios prestados por la corporación a sus clientes, reconociendo la importancia del proceso de la medición; instrumentos de medición, muestreo adecuado, condiciones ambientales y demás factores que condicionarán la precisión del ensayo.

Se adquirieron fortalezas en la caracterización físico-química de asfaltos garantizando una muy buena repetibilidad en los resultados obtenidos en los diferentes ensayos elaborados y una alta calidad en todas las labores desempeñadas durante el período destinado para la práctica, aplicando también los conocimientos adquiridos como estudiante universitario de pregrado.

6. BIBLIOGRAFÍA

[1]. CORPORACIÓN PARA LA INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO EN ASFALTOS EN EL SECTOR TRANSPORTE E INDUSTRIAL, CORASFALTOS. Manual de Gestión de La Calidad: Manual de Funciones y Responsabilidades. CORASFALTOS, 2004.

[2]. AFANASIEVA, N.; ALVAREZ, M.; Estudio del envejecimiento de los asfaltos colombianos bajo la acción de algunos factores climáticos. Publicaciones UIS. Bucaramanga. Diciembre. 2004.

[3] SANABRIA, L; CHIMAN, L; CHIMAN, A. Influence of heavy paraffins of certain asphaltic properties. CT&F, ICP, 2002, vol.2, N 3, 113-120.

[4]. Bitumen and bituminous binders – Determination of the paraffin wax content – Part 1: Method by distillation; EUROPEAN STANDARD EN 12606-1; 1999.

[5]. EDWARDS, Y.; REDELIUS, P.; “Rheological Effects of Waxes in Bitumen”. Energy & Fuels (2003) 17, 511-520.

[6]. EDWARDS, Y.; REDELIUS, P.; “Compositional and Structural Characterization of Waxes Isolated from Bitumens”. Energy & Fuels (2006) 20, 653-660.

[7]. EDWARDS, Y.; Doctoral thesis: Influence of Waxes in Bitumen and Asphalt Concrete Mixture Performance". Stockholm. KTH. 2005.

[8]. LU, X.; SOENEN, H.; REDELIUS, P. "Impact of bitumen wax on asphalt performance – low temperature cracking". Nynas Bitumen, SE – 149 82 Nynäshamn, Sweden.

[9]. LU, X.; KALMAN, B.; REDELIUS, P. "A Simple Test Method for Determination of Waxes in Crude Oils and Bitumens". Nynas Bitumen, AB Nynas Petroleum, SE – 149 82 Nynäshamn, Sweden.

[10]. LU, X.; REDELIUS, P.; LANGTON, M.; OLOFSSON, P. "Wax Morphology in Bitumen". Nynas Bitumen, AB Nynas Petroleum, SE – 149 82 Nynäshamn, Sweden.

[11]. LU, X.; REDELIUS, P.; LANGTON, M.; OLOFSSON, P. "Microstructure of Wax Crystals in Bitumen", Nynas Bitumen, SE – 149 82 Nynäshamn, Sweden.

[12]. BERKERS, R. Doctoral thesis: "Influence of chemical composition on the performance of bitumen". Tshwane University of Technology, 2005.

[13]. MUSSER, B.; KILPATRICK, P. "Molecular Characterization of Wax Isolated from a Variety of Crude Oils". Energy & Fuels (1998) 12, 715-725.

[14]. ASPHALT INSTITUTE. The Asphalt Handbook. Manual Series No 4 (MS-4). 1989. p35-42.

[15]. ASPHALT INSTITUTE. Principios De Construcción De Pavimentos De Mezcla Asfáltica En Caliente. Manual Series No 22 (MS-22).1992. p10-29.

[16]. INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Compendio Normas Técnicas Colombianas Sobre Documentación: presentación y elaboración de trabajos y tesis de grado. Bogotá: ICONTEC, 2006. (NTC1486; NTC1487; NTC1160; NTC1308; NTC1307).

[17]. INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Vocabulario de términos básicos y generales en metrología. Bogotá: ICONTEC, Noviembre 1997. (NTC-ISO 2194).

[18]. CHAPARRO OROZCO, Gustavo. SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO. DIVISION METROLOGÍA. Error e incertidumbre en las mediciones. Bogotá. Enero 2000.

[19]. INSTITUTO NACIONAL DE VÍAS. Normas Técnicas de Ensayos para Carreteras. Bogotá: INVIAS, 2007. (INV E-702, INV E-704, INV E-707, INV E-712, INV E-713, INV E-715, INV E-716, INV E-717, INV E-720, INV E-721, INV E-727, INV E-732, INV E-759, INV E-761, INV E- 762, INV E-765, INV E-767, INV E-768).

7. ANEXOS

7.1 ANEXO A - INFORMACION DE LA EMPRESA

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 y Mezclas Asfálticas 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 fisicoquímica y fisicomecánica de productos y mezclas asfálticas.

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 realización de ensayos de laboratorio a través del cargo de Técnico de Laboratorio.

La práctica empresarial se realizó en el 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 esta.

El trabajo, que se realizó bajo el cargo de Técnico de Laboratorio, 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 ensayo
- Responsabilidad por los métodos de ensayo y/o calibración utilizados
- Responsabilidad por el ambiente de trabajo
- Otras responsabilidades Globales

7.2. ANEXO B - MÉTODOS UTILIZADOS PARA DETECTAR CERAS EN ASFALTOS.

7.2.1 Calorimetría de Escaneo Diferencial (DSC, Differential Scanning Calorimetry)

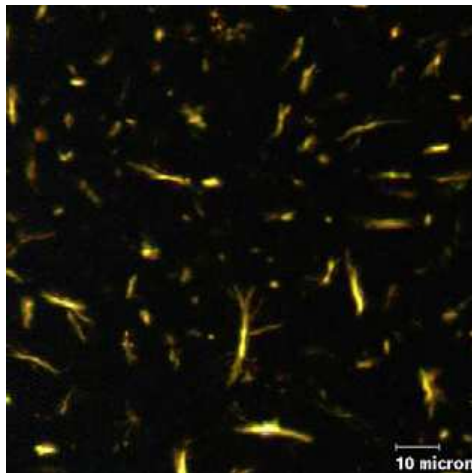
Es una técnica que mide la diferencia de calor entre una muestra y una referencia como una función de la temperatura. La muestra y la referencia se mantienen a la misma temperatura. El principio básico de esta técnica es que, cuando la muestra experimenta una transformación física, como una transición de fase, se necesitará que fluya una cantidad mayor o menor de calor a la muestra que a la referencia para mantener ambas a la misma temperatura. El que fluya más o menos calor a la muestra depende de si el proceso es exotérmico o endotérmico. Por ejemplo, si una muestra sólida funde a líquida se requerirá que fluya más calor a la muestra para aumentar su temperatura a la misma velocidad que la de referencia, debido a la absorción de calor de la muestra en tanto ésta experimenta la transición de fase endotérmica desde sólido a líquido. Por el contrario, cuando la muestra experimenta procesos exotérmicos (tales como una cristalización) se requiere menos calor para alcanzar la temperatura de la muestra. Determinando la diferencia de flujo calorífico entre la muestra y la referencia, los calorímetros DSC son capaces de medir la cantidad de calor absorbido o eliminado durante tales transiciones. Éste método ha sido utilizado desde los años 70's para estudiar la precipitación de las ceras y la determinación de su contenido en asfaltos determinando la cantidad de material cristalizado por enfriamiento, midiendo el cambio de energía en la muestra bajo un flujo de calor o un enfriamiento controlados. El contenido de material de cristalización se puede calcular conociendo la entalpía de cristalización; esto sin embargo depende del peso

molecular y la estructura, y usualmente no es conocido por lo cual se debe estimular un valor promedio.⁹

7.2.2 Microscopía de Luz Polarizada (PLM, Polarised Light Microscopy)

Son microscopios con dos polarizadores, uno entre el condensador y la muestra y el otro entre la muestra y el observador; opera con un cristal de cuarzo y un cristal de Nicol dejando pasar únicamente la luz que vibra en un único plano (luz polarizada). Algunos compuestos inorgánicos responden al efecto de la luz, éstos tienen un alto grado de orientación, que hace que la luz los atraviese en determinados planos vibratorios atómicos. El prisma de Nicol permite el paso de luz en un solo plano, así el cuarzo gira la posición de polarización, facilitando la identificación de sustancias que extinguen la luz. Este tipo de microscopio es muy útil para poder identificar mejor sustancias cristalinas o fibrosas.

Figura 4. Micrografía PLM de un Asfalto “A”.



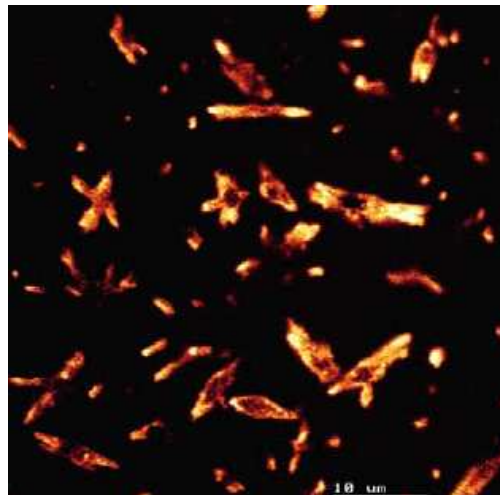
Fuente: LU, X.; REDELIUS, P.; LANGTON, M.; OLOFSSON, P. “Microstructure of Wax Crystals in Bitumen”, Nynas Bitumen, SE – 149 82 Nynäshamn, Sweden. P5.

⁹ LU, X.; SOENEN, H.; REDELIUS, P. A simple test method for determination of waxes in crude oils and bitumens. Nynas Bitumen, AB Nynäs Petroleum, SE – 149 82 Nynäshamn, Sweden. p1.

7.2.3 Microscopía de Escaneado Láser Confocal (CLSM, Confocal Laser Scanning Microscopy)

La microscopía Confocal es una mejora sustancial de las técnicas clásicas de microscopía óptica. Su éxito se debe a la obtención de imágenes de mayor nitidez y contraste, mayor resolución vertical y horizontal y a la posibilidad de obtener “secciones ópticas” de la muestra, permitiendo su estudio tridimensional. En las técnicas clásicas de observación en microscopía óptica, la luz interacciona con la muestra a varias profundidades por lo que la imagen que llega al observador presenta áreas borrosas debido a la luz procedente de zonas fuera del plano de enfoque, lo que produce una degradación en el contraste y resolución de la imagen. El principio de la microscopía Confocal se basa en eliminar la luz reflejada o fluorescente procedente de los planos fuera de foco. Para ello se ilumina una pequeña zona de la muestra y se toma el haz luminoso que proviene del plano focal, eliminándose los haces procedentes de los planos inferiores y superiores. Es una técnica mediante la cual se obtienen imágenes ópticas de alta resolución.

Figura 5. Micrografía CLSM de un asfalto “A”.



Fuente: LU, X.; REDELIUS, P.; LANGTON, M.; OLOFSSON, P. “Microstructure of Wax Crystals in Bitumen”, Nynas Bitumen, SE – 149 82 Nynäshamn, Sweden. P6.

7.2.4 Microscopía de Electrón de Transmisión (TEM, Transmission Electron Microscopy)

Utiliza un microscopio con un haz de electrones para visualizar un objeto, debido a que la potencia amplificadora de un microscopio óptico está limitada por la longitud de onda de la luz visible. Lo característico de este microscopio es el uso de una muestra ultrafina y que la imagen se obtiene de los electrones que atraviesan la muestra. Como tal, la preparación de las muestras requiere de mucho tiempo y de manejo de expertos. Existe también la posibilidad de que el bombardeo de electrones puede dañar la muestra objeto de examen, especialmente cuando se trata de muestras biológicas. Ésta técnica se utiliza en combinación con **Freeze fracture (FF)**, donde se calienta una muestra durante una hora a 120 °C y se reposa a temperatura ambiente por otra hora para luego ser congelada en nitrógeno líquido (-196 °C) y finalmente ser fracturado en un dispositivo a -150 °C para luego ser vista a través de un TEM. En Las figuras 6-9 se presentan imágenes capturadas para el asfalto “A” mostrado anteriormente con los otros métodos y además, se compara con otros tipos de asfaltos vistos mediante éste mismo método.

Figura 6. Micrografía FF-TEM de un asfalto “A”.

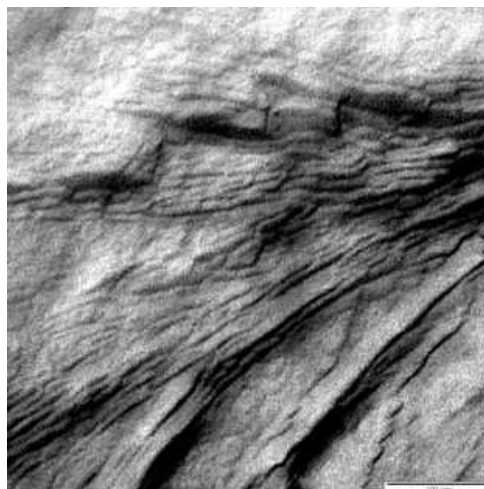


Figura 7. Micrografía FF-TEM de un asfalto “B”.

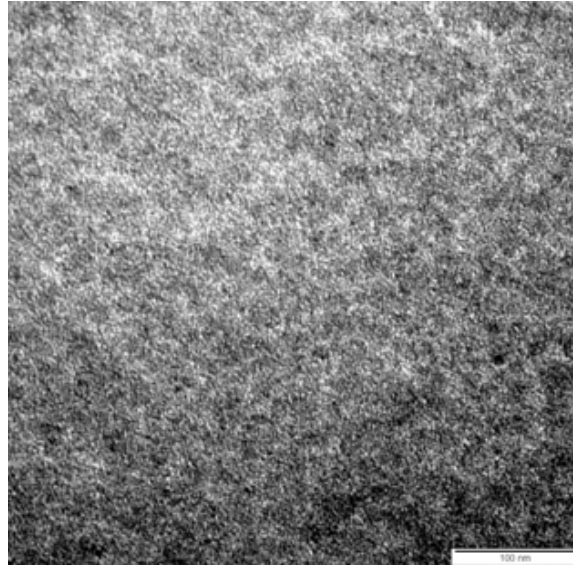
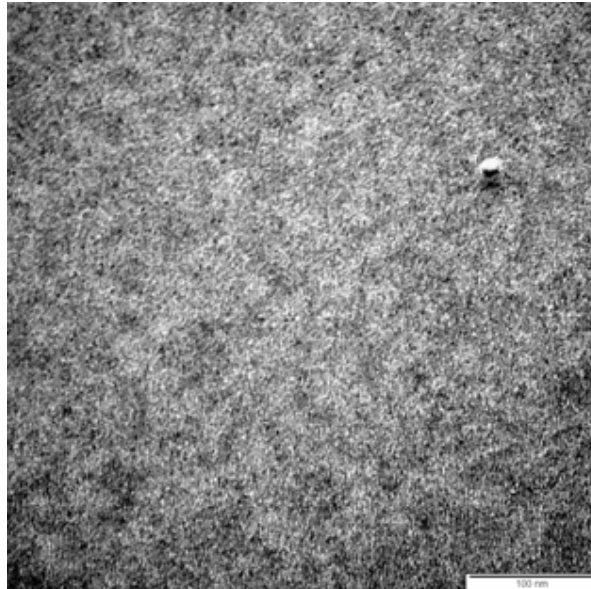


Figura 8. Micrografía FF-TEM de un asfalto “C”.



Figura 9. Micrografía FF-TEM de un asfalto “D”.



Fuente: LU, X.; REDELIUS, P.; LANGTON, M.; OLOFSSON, P. “Microstructure of Wax Crystals in Bitumen”, Nynas Bitumen, SE – 149 82 Nynäshamn, Sweden. P7.

7.3 ANEXO C – VALORES DE “t” PARA INTERVALO DE CERTEZA.

Tabla 11.t en función del numero efectivo de grados de libertad (γ_i) y del nivel de confianza deseado (N.C).

$\gamma_i \backslash N.C$	68,26%	95%	95,45%	99%	99,73%
7	1,08	2,36	2,43	3,50	4,53
8	1,07	2,31	2,37	3,36	4,28
9	1,06	2,26	2,32	3,25	4,09
10	1,05	2,23	2,28	3,17	3,96
20	1,03	2,09	2,13	2,85	3,42
30	1,02	2,04	2,08	2,75	3,27
40	1,01	2,02	2,06	2,70	3,20
50	1,01	2,01	2,05	2,68	3,18

Fuente: CHAPARRO OROZCO, Gustavo. SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO. DIVISION METROLOGÍA. Error e incertidumbre en las mediciones. Bogotá. Enero 2000.

7.4 ANEXO D - FOTOGRAFÍAS DEL ENSAYO.

Fotografía 1. Ejecución determinación de ceras – Destilación.



Fotografía 10. Ejecución determinación de ceras – cristalización.

