

Programa de Infraestructura del Transporte (PITRA)

Informe: LM-PI-UMP-019-R1

CUANTIFICACIÓN DEL MODIFICANTE EN UN ASFALTO MODIFICADO CON POLIMERO

Preparado por:
Unidad de Materiales y Pavimentos



San José, Costa Rica
Diciembre, 2013



Documento generado con base en el Art. 6, inciso i) de la Ley 8114 y lo señalado en el Capít. 6, Art. 66 Reglamento al Art. 6 de la precitada ley, publicado mediante decreto DE-37016-MOPT.

1. Informe LM-PI-UMP-019-R1		2. Copia No. 1
3. Título y subtítulo: CUANTIFICACIÓN DEL MODIFICANTE EN UN ASFALTO MODIFICADO		4. Fecha del Informe DICIEMBRE, 2013
7. Organización y dirección Laboratorio Nacional de Materiales y Modelos Estructurales Universidad de Costa Rica, Ciudad Universitaria Rodrigo Facio, San Pedro de Montes de Oca, Costa Rica Tel: (506) 2511-2500 / Fax: (506) 2511-4440		
8. Notas complementarias		
9. Resumen <p><i>El uso de ligantes asfálticos modificados con polímero es una alternativa muy poderosa al ligante asfáltico convencional, ya que mejora notablemente su desempeño evitando problemas típicos durante su servicio y mejorando su resistencia a la fatiga y a la deformación permanente.</i></p> <p><i>El uso de ligante asfáltico modificado se ha convertido en un tema de gran importancia: se han utilizado modificadores tipo SBR, SBS, hule en polvo de llanta de reciclaje y otros tipos de plásticos como el polietileno. Típicamente, la modificación se realiza entre el 2,5 % m/m al 5 % m/m y los resultados reológicos comparándolo con el asfalto sin modificar son muy positivos.</i></p> <p><i>Sin embargo, no está disponible un método para determinar el contenido de polímero modificador en el ligante asfáltico, que no sea mediante métodos instrumentales de FTIR, lo cual es una deficiencia pues dichos equipos son costosos y poco utilizados en el país. No obstante, es muy importante plantear un método para la determinación del contenido de polímero modificador en el ligante asfáltico para el control de calidad del producto en nuestro medio y que sea simple de realizar.</i></p> <p><i>El presente trabajo presenta el desarrollo de un método de ensayo simple, de bajo costo, para determinar de forma cualitativa o cuantitativa el contenido de polímero tipo SBR presente en un asfalto modificado.</i></p>		
10. Palabras clave Asfaltos, modificantes , polímero, SBR, cuantificación	11. Nivel de seguridad: Ninguno	12. Núm. de páginas 47
13. Preparado por:		
Quim. Jorge Salazar Delgado Investigador Unidad de Materiales y Pavimentos  Fecha: 11 / 12 / 13	Ing. Ellen Rodríguez Castro Investigadora Unidad de Materiales y Pavimentos  Fecha: 11 / 12 / 13	
14. Revisado por:		
Ing. José Pablo Aguiar Moya, Ph.D. Coordinador Unidad de Materiales y Pavimentos  Fecha: 11 / 12 / 13	Fecha: 11 / 12 / 13	15. Aprobado por: Ing. Guillermo Loria Salazar, Ph.D. Coordinador General PITRA  Fecha: 11 / 12 / 13

TABLA DE CONTENIDO

ÍNDICE DE FIGURAS	4
ÍNDICE DE TABLAS	4
RESUMEN EJECUTIVO	5
1. INTRODUCCIÓN	7
1.1 ANTECEDENTES.....	7
1.2 DISEÑO EXPERIMENTAL.....	8
1.3 PROCEDIMIENTO.....	9
2. MATERIAL EVALUADO	10
2.1 PROCEDIMIENTO DE MEZCLADO DE BAJO CORTE	10
2.2 EFECTO DEL TIPO DE SOLVENTE	10
3. RESULTADOS GENERALES	13
3.1 PRUEBAS DE SOLUBILIDAD PARA LOS POLÍMEROS EMULSIONADOS LÁTEX SBR.....	15
3.2 MÉTODO PROPUESTO SEGÚN LANAMMEUCR	18
4. RESULTADOS Y CONCLUSIONES	20
5. RECOMENDACIONES	21
6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	22

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1. EQUIPO PARA FILTRADO AL VACIO SIMILAR AL PAT PUBLICADO EN AL NCHRP PROYECTO 9-10	13
FIGURA 2. EQUIPO PARA FILTRACIÓN AL VACÍO MEDIANTE EL DISPOSITIVO DE PAT, TOMADO DEL NCHRP REPORTE 459.....	13
FIGURA 3. EQUIPO PARA FILTRACIÓN AL VACÍO MEDIANTE EL DISPOSITIVO DE PAT, DETALLE DEL EMBUDO PARA FILTRACIÓN, TOMADO DEL FHWA-HRT-04-110.	14
FIGURA 4. PRUEBA DE SOLUBILIDAD EN DIFERENTES SOLVENTES PARA EL POLÍMERO LÁTEX SBR (A).....	18
FIGURA 5. REALIZACIÓN DEL ENSAYO PARA LA RECUPERACIÓN DEL POLÍMERO.....	18
FIGURA A1. EQUIPO PARA FILTRACIÓN AL VACIO MEDIANTE UN FILTRO DE TAMIZ DE 75 μ M Y 7 MM DE ALTURA.....	29

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1. LIGANTE ASFÁLTICO MODIFICADO.....	10
TABLA 2. PROPIEDADES DE ALGUNOS SOLVENTES PROPUESTOS.....	11
TABLA 3. INFORMACIÓN SOBRE SOLVENTES	12
TABLA 4. INFORMACIÓN SOBRE SOLVENTES	15
TABLA 5. RESULTADOS OBTENIDOS DE SOLUBILIDAD EN POLÍMERO TIPO SBR (PORCENTAJE DE PÉRDIDA).....	16
TABLA 6. RESULTADOS DE SOLUBILIDAD DE POLÍMEROS EN DIVERSOS SOLVENTES	17

RESUMEN EJECUTIVO

Los asfaltos modificados con polímeros (PMB, por sus siglas en inglés), es una de las técnicas constructivas que se ha implementado a nivel mundial para la construcción de carreteras de pavimento. Esto debido a que los ligantes asfálticos modificados en general, mejoran las propiedades de desempeño de la carpeta asfáltica, solucionando muchos de los problemas que sufren los pavimentos durante su servicio. Esta técnica, a pesar de que considera un gasto adicional por la adición de material modificante, ofrece la ventaja de construir un pavimento más duradero lo cual implica una vida útil de servicio más extensa que una carpeta sin la modificación.

Esta alternativa se utiliza en superficies de rueda nuevas o sobre carpetas que no tengan un nivel de deterioro muy alto. Dependiendo del polímero utilizado, la concentración utilizada y el diseño de la mezcla, el pavimento será resistente al daño por humedad, fatiga e inclusive la deformación permanente, que son los principales problemas a los que se enfrentan las carreteras de Costa Rica.

En Costa Rica el uso de PMB es una realidad. Hay varios proyectos en los que se han implementado el uso de polímeros tipo látex SBR, como es el caso de la Ruta 1, Ruta 2, Ruta 32 y Ruta 39.

El presente documento busca ser una herramienta simple para la identificación cualitativa y cuantitativa del polímero tipo látex SBR adicionado al asfalto que se utiliza en los proyectos que consideran PMB.

Se presenta una metodología que es una modificación de un método para determinar partículas de aditivo en un asfalto modificado, propuesta por el Dr Hussein Bahía y sus colaboradores.

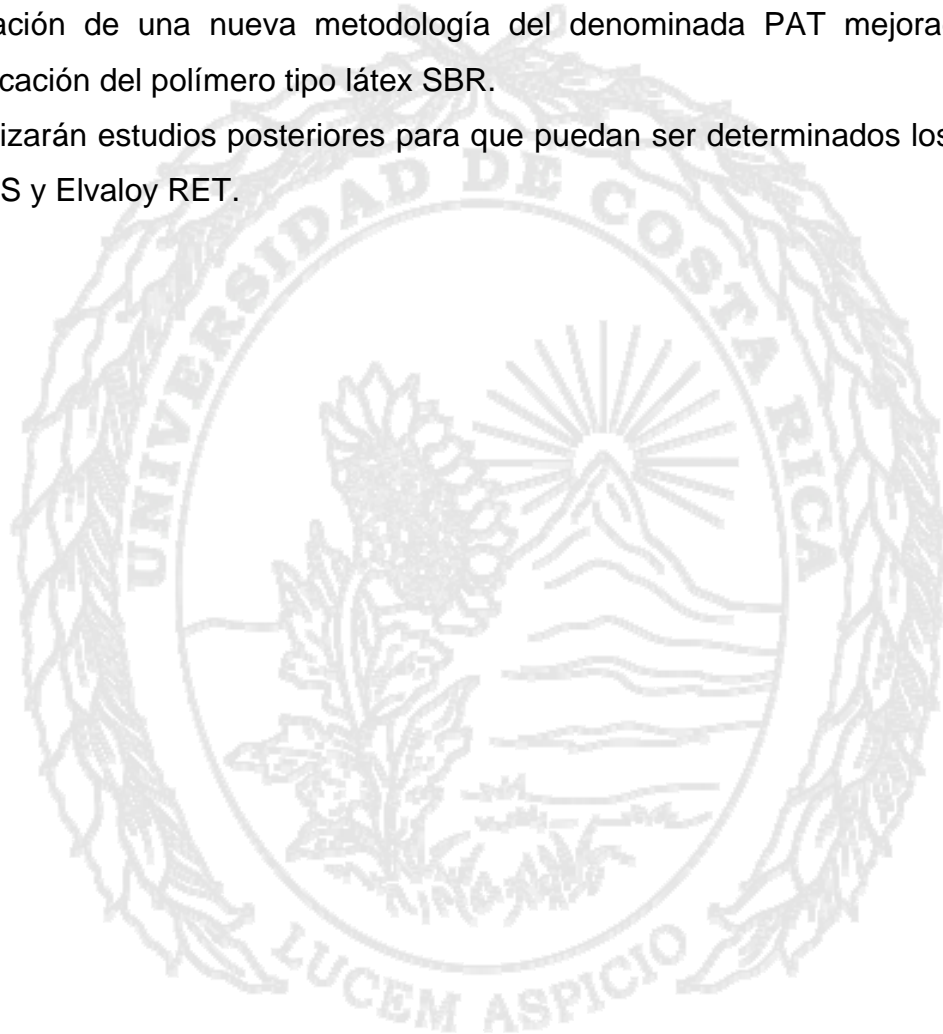
Para elaborar esta metodología se realizaron las siguientes etapas:

- a) Revisión bibliográfica de metodologías para determinar la cantidad de polímero presente en ligantes asfálticos y prueba inicial de la metodología propuesta por el

Informe LM-PI-UMP-019-R1	Fecha de emisión: 06 de marzo de 2014	Página 5 de 47
--------------------------	---------------------------------------	----------------

Dr. Bahía en su informe “National Cooperative Highway Research Program (NCHRP) Project 9-10”

- b) Pruebas de recuperación de polímeros tipo látex SBR, SBS y Elvaloy.
- c) Modificación del método de PAT, para la identificar y cuantificar la presencia de polímeros tipo SBR en el asfalto.
- d) Identificación y verificación del material recuperado mediante FTIR.
- e) Elaboración de una nueva metodología del denominada PAT mejorado para la cuantificación del polímero tipo látex SBR.
- f) Se realizarán estudios posteriores para que puedan ser determinados los polímeros tipo SBS y Elvaloy RET.



1. INTRODUCCIÓN

El objetivo de este estudio es desarrollar un método para la cuantificación del contenido de polímero tipo SBR en ligantes asfálticos, utilizando el equipo para realizar la prueba de partículas de aditivo (PAT). El Dr Hussain Bahia y sus colaboradores desarrollaron una prueba de laboratorio similar en el informe titulado “National Cooperative Highway Research Program (NCHRP)”, Proyecto 9-10 titulado “Protocolos para ligantes asfálticos modificados” (NCHRP, 2001). Basado en los resultados de ensayo obtenidos en este estudio, se presentó la metodología al Superpave® Binder Expert Task Group para su revisión y evaluación de la utilidad de este nuevo método de ensayo para ser considerado como normativa internacional de referencia.

1.1 Antecedentes

El proyecto de investigación de la “National Cooperative Highway Research Program (NCHRP)” en su Proyecto 9-10 titulado “Protocolos para ligantes asfálticos modificados” inició el 15 de abril de 1996 en la evaluación de la aplicabilidad de ligantes asfálticos modificados Superpave®. En el curso de la investigación se desarrollaron nuevos métodos de ensayo, entre estos el PAT (Particulate Additive Test). Este método de ensayo tiene el objetivo de determinar el contenido volumétrico total de partículas retenidas en una malla de 75 μm (N° 200) después del centrifugado, cuando el ligante asfáltico es disuelto en un solvente orgánico apropiado y filtrado al vacío en una malla de 75 μm (N° 200).

Al no disponer de un método de laboratorio para determinar el contenido de polímero presente en el ligante asfáltico, sin recurrir a las curvas de calibración e integración por Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), se considera la posibilidad de separar con solventes orgánicos el ligante asfáltico modificado con polímero de forma tal que el polímero finalmente quede no solo separado sino que cuantificable mediante gravimetría, utilizando para este fin el dispositivo PAT diseñado por Bahía (FHWA, 2004).

Este método de ensayo, propuesto por la Unidad de Materiales y Pavimentos del PITRA-LanammeUCR, busca crear herramientas para un mejor control de calidad en el proceso de modificación de ligantes asfálticos con polímero.

En esta primera etapa se cuantifican los polímeros del tipo SBR, y posteriormente en una segunda etapa se planea modificar el método para la separación y cuantificación de los polímeros tipo SBS y otros polímeros modificadores de uso común. Esto con el fin de que la herramienta creada tenga mayor alcance y más polímeros puedan ser cuantificados.

1.2 Diseño experimental

La finalidad de este proyecto es desarrollar un método para la cuantificación del contenido de polímero modificador en ligantes asfálticos, utilizando el equipo para realizar la prueba de partículas de aditivo (PAT), y si es posible, hacer recomendaciones al Superpave Binder Expert Task Group (EGT) con respecto al uso de este método de ensayo.

El protocolo original para el método del PAT fue seguido sustancialmente. Las modificaciones realizadas consisten en elaborar un método gravimétrico, no solo volumétrico, y en una selección distinta de solventes para la separación de los componentes del ligante asfáltico. Este protocolo modificado se encuentra en la Sección 4 de este documento.

La investigación se enfocó en la búsqueda de solventes comerciales de alta calidad para lograr la separación del polímero. Considerando el efecto en el ambiente y el costo se propone la recuperación de los solventes utilizados, mediante el uso de un rotavapor.

1.3 Procedimiento

Comercialmente se puede contar con diferentes sistemas para el filtrado al vacío que son distribuidos por diversos proveedores y se puede adquirir lo necesario para contar con el dispositivo de PAT con un costo relativamente bajo.

Este método de ensayo involucra adicionar 10 g de ligante asfáltico modificado a un erlenmeyer de vidrio 250 mL y disolver la muestra con 100 mL de *n*-hexano caliente (Se debe calentar y agitar el ligante asfáltico antes de tomar la muestra para asegurar su homogeneidad y representatividad). Cuando el ligante asfáltico se encuentre disuelto se filtra al vacío utilizando el dispositivo PAT o un sistema de filtración al vacío similar. El material atrapado en el filtro de 75 μ m, el cual fue previamente tarado, se lava con *n*-hexano hasta que el color del líquido después del filtrado sea claro o color paja.

El material atrapado en el filtro es lavado con diclorometano a temperatura ambiente, hasta que el color del solvente que pasa por el sistema de filtrado sea color paja. El material polimérico atrapado en el filtro es secado al aire y se obtiene su masa cercana al 0,1 mg. De esta forma se determina el contenido de material polimérico presente en la muestra en porcentaje masa/masa.

Los equipos para el filtrado al vacío se muestran en las figuras del método de ensayo que se describe en la Sección 3 de dicho informe.

2. MATERIAL EVALUADO

En el laboratorio de ligantes asfálticos del LanammeUCR se realizaron dos mezclas de asfalto con polímero tipo SBR. Se modificó un asfalto tipo AC-30, con un polímero modificador SBR (A) al 2,5 % m/m y un segundo polímero modificador SBR (B) al 1,6 % m/m, en equipo de bajo corte en condiciones controladas. En la Tabla 1 se resume la información mencionada.

Tabla 1. Ligante asfáltico modificado

Identificación del ligante	PG del ligante asfáltico	Dosis de polímero (%)	Polímero
LPI (Original)	64-22	0,00	-
LPI + 2,5 % m/m SBR (A)	70-22	2,50	UP-70
LPI + 1,6 % m/m SBR (B)	76-13	1,60	Butonal NX-1138

2.1 Procedimiento de mezclado de bajo corte

El asfalto es calentado previamente en un horno a una temperatura cercana a los 135 °C. Cuando el asfalto se encuentra lo suficientemente fluido para ser vertido, se precalienta la olla mezcladora a la temperatura de 170 °C y se vierte una cantidad conocida de asfalto (calculada por diferencia al medir la masa del recipiente con asfalto original al principio y al final). Una vez alcanzada la temperatura de trabajo se incorpora el material tipo SBR látex. Se debe aclarar que la dosis se refiere al contenido de sólidos en la formulación para calcular el porcentaje masa/masa requerido para el asfalto modificado (en los resultados generales se muestra un ejemplo del cálculo). El tiempo de mezclado fue por 3 horas.

2.2 Efecto del tipo de solvente

El solvente propuesto para el ensayo originalmente es *n*-octano, es un solvente muy costoso y en ocasiones difícil de adquirir, dependiendo de la aplicación es conveniente buscar otras alternativas que cuenten con propiedades químicas similares de forma tal

Informe LM-PI-UMP-019-R1	Fecha de emisión: 06 de marzo de 2014	Página 10 de 47
--------------------------	---------------------------------------	-----------------

que un sustituto de un solvente definido pueda generar un efecto similar a lo requerido en la prueba de ensayo. Algunas propiedades físicas y químicas de los solventes utilizados para este estudio se consideran en la Tabla 2.

Tabla 2. Propiedades de algunos solventes propuestos.

Solvente	Punto de ebullición, bp (°C)	Parámetro de solubilidad, δ (%)	Calor latente vaporización, (cal/g)	Fórmula química	Densidad, (g/cm³)
n-Octano	125,6	7,6	-	C ₈ H ₁₈	0,7025
n-Heptano	98,4	7,4	76	C ₇ H ₁₆	0,6838
n-Hexano	69	7,2	88	C ₆ H ₁₄	0,6600
Tolueno	110,6	8,9	83	C ₇ H ₈	0,8669
Xileno	~ 138,5	8,8	82	C ₈ H ₁₀	0,8801
Iso-Octano	99,3	6,9	-	C ₈ H ₁₈	0,6919
Diclorometano	39,75	9,9	79	CH ₂ Cl	1,3255
Tricloroetileno	86,9	9,3	57	C ₂ HCl ₃	1,4559
Iso-propanol	82,5	11,5	159	C ₃ H ₈ O	0,7851
Metanol	64,7	14,3	263	CH ₄ O	0,7915

El objetivo principal es obtener la separación del polímero del asfalto utilizando algún solvente o una mezcla de ellos, es claro que se desea considerar variables de costo de reactivos químicos y el impacto ambiental que producen sus desechos. También no se debe olvidar que los reactivos químicos son sustancias tóxicas peligrosas y su manipulación debe ser realizada por personal calificado. Para este estudio se consideran algunos parámetros de peligrosidad de los solventes típicos del laboratorio en cuanto a salud, inflamabilidad, reactividad y peligro por absorción en la piel. Además se incluye las concentraciones máximas permitidas (MAC). En la Tabla 3 se muestra

esta información. De estos peligros hay que considerar principalmente la información de inflamabilidad y el valor de MAC: el primer riesgo es que todos son solventes muy inflamables y entre menor sea el valor de MAC más cuidado hay que tener en su manejo como riesgo a la salud humana.

Tabla 3. Información sobre solventes

Solvente	Peligro a la Salud Humana	Peligro por Flamabilidad	Peligro por Reactividad	Peligro por Contacto	MAC (ppm) ^a
<i>n</i> -Octano	1	3	0	1	500
<i>n</i> -Heptano	1	3	0	1	500
<i>n</i> -Hexano	2	3	0	1	100
Tolueno	2	3	0	2	200
Xileno	2	3	0	1	200
Iso-Octano	1	3	0	1	510
Diclorometano	2	3	0	2	500
Tricloroetileno	2	3	0	2	100
Iso-propanol	1	3	0	1	400
Metanol	2	3	0	2	200

^a Niveles: 4 es extremo y 0 es mínimo

^b Concentraciones máximas permitidas (MAC), por definición concentración promedio del solvente en el ambiente, aplicable a una exposición repetida (ocho horas por día- cinco días a la semana), durante una vida de trabajo profesional sin producir ningún efecto nocivo a la salud

A los usuarios de este método se les recuerda el uso de Equipo Protección Personal durante la realización de la prueba. Las pruebas de separación fueron realizadas con diclorometano con un valor de MAC de 500 y *n*-Hexano, con un valor de MAC de 100.

3. RESULTADOS GENERALES

Existen varios equipos que pueden ser utilizados para esta prueba. Inicialmente fueron consideradas tres configuraciones. La primera de ellas es el equipo con malla de 75 μm en un aro metálico que se coloca en un embudo bushner, propuesto por el Unidad de Materiales y Pavimentos (UMP) del LanammeUCR (Ver Figura 1).



Figura 1. Equipo para filtrado al vacío similar al PAT publicado en el NCHRP proyecto 9-10

La segunda corresponde a la propuesta original del PAT, el cual es un filtro delgado en un sistema de filtrado desarmable. (Ver Figura 2).

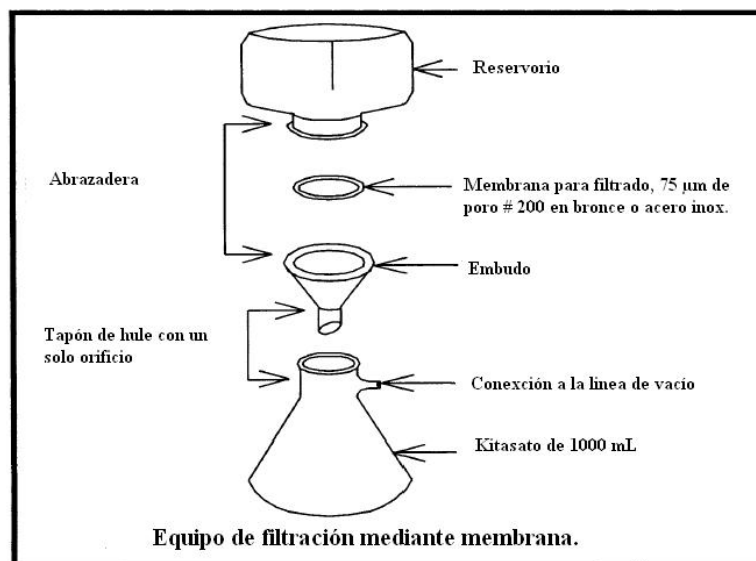


Figura 2. Equipo para filtración al vacío mediante el dispositivo de PAT, tomado del NCHRP Reporte 459

Finalmente se propone una configuración con filtro millipore PAT, según se detalla en la Figura 3.

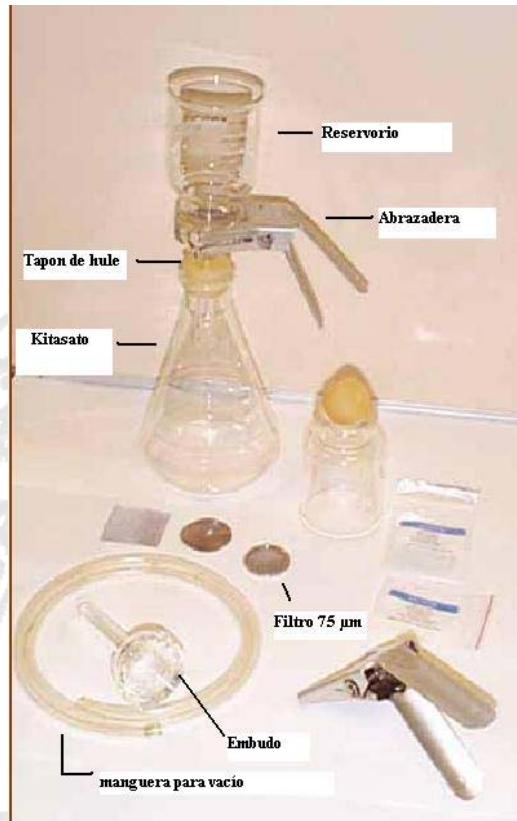


Figura 3. Equipo para filtración al vacío mediante el dispositivo de PAT, detalle del embudo para filtración, tomado del FHWA-HRT-04-110.

En la Tabla 4 se muestran los resultados obtenidos de recuperación para siete muestras iguales de ligante asfáltico modificado con 2,5% m/m y una prueba a una muestra modificado con 1,6% m/m. En ambos casos con polímero emulsionado tipo SBR. El polímero fue incorporado con equipo de corte durante tres horas a 170 °C. Se incluye el resultado obtenido para el segundo asfalto modificado con SBR.

Tabla 4. Información sobre solventes

Muestra	Masa de ligante asfáltico (g)	Masa de polímero recuperado (g)	Dosis de polímero SBR (%)
LPI IV (Original)	12,460	0,000	0,00
LPI IV + 2,5% m/m SBR (A) 1	9,989	0,233	2,332
LPI IV + 2,5% m/m SBR (A) 2	10,464	0,246	2,351
LPI IV + 2,5% m/m SBR (A) 3	9,765	0,256	2,621
LPI IV + 2,5% m/m SBR (A) 4	9,435	0,219	2,321
LPI IV + 2,5% m/m SBR (A) 5	9,383	0,246	2,622
LPI IV + 2,5% m/m SBR (A) 6	11,482	0,290	2,526
LPI IV + 2,5% m/m SBR (A) 7	9,483	0,209	2,204
LPI III + 1,6% m/m SBR (B) 1	9,919	0,135	1,351

El lavado es una operación importante. Se debe lavar con el solvente hasta que el líquido del lavado sea claro. Un lavado leve implicaría un mayor grado de error de masa recuperada, debido a la presencia de los asfaltenos y un lavado muy intensivo podría forzar a que partículas del polímero pasen la malla. Existe la posibilidad de utilizar una malla de 45 μm (N° 325) para realizar el ensayo, no obstante, esto será evaluado en futuros desarrollos de la metodología.

3.1 Pruebas de solubilidad para los polímeros emulsionados látex SBR

Ambos polímeros – SBR (A) y SBR (B) – se colocaron en un horno a 70 °C para evaporar el agua. Una vez secos se sesaron 2,000 gramos de muestra en un erlenmeyer de 250 mL y se adiciona 100 mL del solvente. Se trata de disolver con agitación continua por 60 min y se decanta con cuidado. Finalmente, se determina cuanto cambia la masa de la muestra por material que se disuelva en el solvente (Figura 4). Los resultados de los dos polímeros látex SBR se encuentran en la

Tabla 5.

**Tabla 5. Resultados obtenidos de solubilidad en polímero tipo SBR
(Porcentaje de pérdida)**

Muestra	Solubilidad en Tricloroetileno ACS^a (% m/m)	Solubilidad en Diclorometano ACS^a (% m/m)	Proceso previo
SBR (A) UP-70	1,36	1,23	Evaporación de agua a 70 °C
SBR (B) Butonal NX-1138	0,34	1,58	Evaporación de agua a 70 °C
SBS	Parcialmente	Parcialmente	-
Elvaloy	Parcialmente	Parcialmente	-

^a Cumpla con las normas de grado reactivo analítico (ACS - American Chemical Society)

Los resultados de pérdida son muy bajos por lo que prácticamente se recupera hasta más del 98,4 % del polímero presente en el ligante asfáltico. Las pérdidas en el caso del Elvaloy y el SBS son muy altas porque tienen una solubilidad mayor, por lo que no es posible recuperar estos polímeros.

La Tabla 6 incluye información de pruebas de solubilidad de los polímeros utilizados y diversos solventes de uso común en laboratorio, esta información es útil para determinar cuál solvente podría seleccionarse para separar un polímero de los asfaltenos. (Ver Figura 4)

En caso del Elvaloy una alternativa es el diclorometano a una temperatura cercana a los 0 °C. Dentro de la lista se incluye un solvente biodegradable a base de cítricos, Carroll DG90.

Tabla 6. Resultados de solubilidad de polímeros en diversos solventes

SOLVENTE	SBR (A)	SBR (B)	SBS	Elvaloy	Asfaltenos
<i>n</i> -Hexano ACS	Insol.	Insol.	Insol.+Hin.	Insol.	Insol.
<i>n</i> -Heptano ACS	Insol.	Insol.	Insol.+ Hin.	Insol.	Insol.
Tolueno ACS	Sol.	Sol.	Sol. parcial	Sol.	Sol.
<i>o</i> -Xileno ACS	Insol.	-	Sol. parcial	Sol. parcial	Sol.
<i>o</i> -Xileno ACS Frío	Insol.	-	Sol. parcial	Sol. parcial	Sol. parcial
Iso-Octano ACS	Sol.	Sol.	Sol. parcial	Insol.	Sol.
Iso-Octano ACS Frío	-	-	Insol.	Insol.	Insol.
<i>n</i> -Octano ACS	Insol.	Insol.	Insol.+ Hin.	Insol.	Insol.
Metanol ACS	Insol.	Insol.	Insol.	Insol.	Insol.
Etanol ACS	Insol.	Insol.	Insol.	Insol.	Insol.
Iso-Propanol ACS	Insol.	Insol.	Insol.	Insol.	Insol.
Eter de petróleo ACS	-	-	Sol. parcial	Insol.	Insol.
Acetona ACS	Insol.	Insol.	Insol.+ Hin	Insol.	Insol.
Diclorometano ACS	Insol.	Insol.	Sol. parcial	Sol.	Sol.
Diclorometano ACS Frío	-	-	Sol. parcial	Insol.	Sol.
Tricloroetileno ACS	Insol.	Insol.	Sol. parcial	Sol. parcial	Sol.
Tetrahidrofurano ACS	Sol.	Sol.	Sol.	-	Sol.
Tetracloruro de carbono ACS	Sol.	Sol.	Sol.	-	Sol.
Acetato de etilo ACS	-	-	Sol.	Insol.	-
Acetonitrilo ACS	-	-	Insol.	Insol.	Insol.
Dietil diamina ACS	-	-	Insol.	Insol.	-
Queroseno	-	-	-	-	Insol.
Carroll DG90	-	-	Sol. parcial	Sol. parcial	Sol.

Sol: Soluble

Insol: Insoluble

Hin: presencia de Hinchamiento.





Figura 4. Prueba de solubilidad en diferentes solventes para el polímero látex SBR (A)



Figura 5. Realización del ensayo para la recuperación del polímero

3.2 Método propuesto según LanammeUCR

En el Anexo A se detalla la metodología propuesta por el LanammeUCR, presentada en formato estándar, según las normativas ASTM y AASHTO



4. RESULTADOS Y CONCLUSIONES

Los principales resultados y observaciones se resumen a continuación:

- El método de ensayo propuesto funciona con polímeros tipo SBR. Con esta metodología no se logra separar de forma exitosa los polímeros tipo SBS.
- Los solventes no polares como el *n*-hexano y el *n*-heptano al disolver el ligante asfáltico precipita y floculan los asfaltenos de mayor peso molecular junto con los polímeros incorporados. Los solventes más polares como el tolueno y limpiadores a base de cítricos disuelven completamente el ligante asfáltico.
- Este ensayo fue diseñado con base en el procedimiento desarrollado por el Dr. Bahía en su ensayo PAT (FHWA, 2014) y se modificó para que su aplicabilidad fuera dirigida a determinar el contenido de polímero presente en un ligante asfáltico modificado en una relación masa/masa. Los polímeros mejoran considerablemente las propiedades del ligante asfáltico original, pero su incorporación y verificación de las dosis adicionadas no se ha establecido. Se debe tener presente que la matriz sólida del asfalto por su naturaleza es una mezcla bastante compleja, y cuando se modifica no siempre se logra la homogeneidad deseada.
- El diclorometano y el tricloroetileno no interactúan considerablemente con los polímeros tipo SBR por esa razón se puede lograr su separación. Lastimosamente son solventes halogenados y sería conveniente buscar otra alternativa más ecológica. En este estudio se probaron una serie de solventes. Las pruebas realizadas con dos polímeros comerciales tipo SBR no mostraron cambios importantes en su masa al ser expuestos a los solventes mencionados.
- Este método puede utilizarse para fines cualitativos y cuantitativos. Para una posterior etapa se plantea la identificación de los polímeros recuperados mediante FTIR y compararlos con sus espectros nativos. Además se debe buscar un solvente apropiado para la recuperación de polímeros tipo SBS y otros polímeros comerciales.

- Posteriormente se realizarán pruebas en asfaltos modificados recuperados mediante solventes según la Norma ASTM D2172 en mezcla asfáltica, para su identificación cualitativa y cuantitativa de polímeros tipo SBR.

5. RECOMENDACIONES

El método de ensayo aquí propuesto es simple, rápido, implica un bajo costo en equipo y reactivos químicos, si se compara con la alternativa instrumental de FTIR con curvas de calibración.

Puede utilizarse como ensayo cualitativo para evidenciar la presencia de polímero SBR o cuantitativo determinando la cantidad de polímero incorporado en el ligante asfáltico. Esta es una herramienta muy poderosa desde el punto de vista de control y aseguramiento de la calidad en el proceso de producción de mezcla asfáltica.

Los modificadores SBS se recuperan de forma parcial, y es necesario cambiar el solvente para que se puedan recuperar los polímeros SBS.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

National Cooperative Highway Research Program, NCHRP, “Report 459 Characterization of Modified Asphalt Binders in SuperPave Mix Design”, Appendix I Standard Test Method for Determining the Content of Solid Additives in Asphalt Binder Using the Particulate Additive Test (PAT) Device, C-1-1 a C-1-4, 2001.

Federal Highway Administration, FHWA, U.S. Department of Transportation, “Evaluation of the Particulate Additive Test, Publication NO. FHWA-HRT-04-110, 32 pages, 2004.

American Association of State Highway and Transportation Officials, AASHTO T 44-97. Transportation, Materials and Methods of Sampling and Testing. 25 edition, AASHTO, EUA, 2006.

American Society for Testing and Materials, ASTM D 2042-09. American Society for Testing and Materials (ASTM). ASTM standards on line, ASTM, EUA, 2012.

American Society for Testing and Materials, ASTM D 2172-11. American Society for Testing and Materials (ASTM). ASTM standards on line, ASTM, EUA, 2012.

American Society for Testing and Materials, ASTM D 5404-11. American Society for Testing and Materials (ASTM). ASTM standards on line, ASTM, EUA, 2012.

ANEXO A

Standard Test Method for Determining the Content of Polymer Type SBR in Asphalt Binder Using the Particulate Additive Test (PAT) Device.

Método de Ensayo para la determinación del Contenido de Polímero Tipo SBR en Ligantes Asfálticos Modificados Mediante el Equipo del Ensayo de Partículas de Aditivo (PAT).

1. Alcance.

- 1.1 Este método de ensayo es para la separación y cuantificación del contenido de polímero tipo SBR presente en ligantes asfálticos modificados. El ensayo implica la separación y retención de partículas con una dimensión máxima o igual a 75 micrometros, cuando se filtra una disolución del ligante asfáltico en un solvente orgánico.
- 1.2 Este método de ensayo utiliza unidades SI. No hay otras unidades de medición en este método.
- 1.3 Este ensayo involucra el uso de materiales peligrosos, operaciones y equipo. Este método no incluye la magnitud ni las medidas de seguridad que deben de ser consideradas en los equipos. Es responsabilidad de los usuarios de este procedimiento establecer las prácticas apropiadas para garantizar la salud y seguridad del técnico de laboratorio.

2. Terminología

2.1 Definiciones:

- 2.1.1 Disolver- Mezclar de forma homogénea las moléculas o iones de un sólido, un líquido o un gas en el seno de otro líquido, llamado disolvente.
- 2.1.2 Ligante asfáltico- Término utilizado para denominar el asfalto. Sustancia de color negro que constituye la fracción más pesada del petróleo crudo.
- 2.1.3 Polímero- Compuesto químico, natural o sintético, formado por polimerización y que consiste esencialmente en unidades estructurales repetidas.
- 2.1.4 Polímero SBR- El polímero de caucho estireno-butadieno, frecuentemente abreviado SBR (del inglés Styrene-Butadiene Rubber) es un elastómero sintético obtenido mediante la polimerización de una mezcla de estireno y de butadieno, comúnmente utilizado en la modificación de ligantes asfálticos como una emulsión de látex SBR.
- 2.1.5 Reactivos grado ACS- Sustancia química de calidad de grado análisis, utilizada para ensayos que requieren sustancias de alta pureza, según especificaciones del American Chemical Society, ACS.

2.1.6 *Tarar- Masa del recipiente vacío que se va a utilizar para colocar la muestra. Se ajusta la masa de la balanza a cero para medir solo la masa de la muestra..*

2.1.7 *Trasvase cuantitativo- Pasar completamente el líquido de un instrumento a otro o de un recipiente al otro, sin pérdidas de muestra.*

2.2 *Equipo de laboratorio:*

2.2.1 *Embudo Büchner- Fabricado en porcelana con una placa de vidrio sinterizado o una base de porcelana perforada. Se utiliza en la filtración a baja presión con un matraz de Büchner o kitasato, conectados a una bomba de vacío.*

2.2.2 *Kitasato- Matraz de erlenmeyer con un tubo de desprendimiento como purga o para línea de vacío.*

2.2.3 *Piseta- Frasco lavador o matraz de lavado. Es un frasco cilíndrico de plástico o vidrio con pico largo.*

3. **Resumen del Método**

Una muestra representativa de ligante asfáltico modificado con polímero, es disuelta en un solvente orgánico. La disolución es filtrada con ayuda de vacío a través de una malla de 75 μm (malla numero 200) previamente tarada. El residuo retenido en el filtro es lavado con otro solvente en el mismo sistema de filtrado al vacío. Y cuando el color del líquido de los lavados es claro o color paja, indica que el residuo final corresponde al polímero SBR recuperado. Mediante diferencia de masa es posible determinar el contenido de polímero tipo SBR presente en el ligante asfáltico.

4. **Significado y Uso**

4.1 *No hay certeza sobre la interferencia o no de que las partículas de los modificadores interfieran con los resultados de las pruebas reológicas realizadas al asfalto o que afecten el comportamiento de las mezclas asfálticas, Algunos investigadores han supuesto que las partículas de los modificadores pueden interferir con el asentamiento entre los agregados durante el proceso de mezclado.*

Además, se ha observado que el tamaño de las partículas de los modificadores en ligantes asfálticos puede generar un comportamiento reológico complejo. Esta complejidad puede ser el resultado de la distribución del tamaño y la concentración del modificador o a un proceso ineficiente de incorporación del polímero en el ligante asfáltico.

La existencia de una alta concentración de polímeros modificadores en los ligantes asfálticos debe ser detectada, ya que su efecto sobre las propiedades de la mezcla puede ser muy complicada y diferente del efecto en los asfaltos.

Considerando que debe cuantificarse el contenido de los polímeros modificadores presentes en el ligante asfáltico modificado, como parte de un control de calidad. Además es importante conocer el contenido del modificador

presente en el asfalto posterior a la mezcla y sus implicaciones de estabilidad con respecto al almacenamiento.

- 4.2 Con la ayuda de solventes orgánicos como el cloruro de metileno se puede separar el látex (SBR) de la fase de asfaltenos del ligante asfáltico modificado, para cuantificar el contenido presente en la mezcla y realizar la verificación del contenido de polímero presente como aseguramiento de la calidad. Los resultados ayudan a indicar la naturaleza del aditivo. Los polímeros tipo SBS no son retenidos en la malla de 75 μm con este solvente.

5. Equipo

- 5.1 Aparato para el ensayo de partículas de aditivo (PAT) usando embudo Büchner– Sistema de filtración al vacío, con un kitasato de 1000 mL, una malla de 75 μm de acero inoxidable o bronce, un embudo Büchner, se utiliza para filtrar la disolución de ligante asfáltico (ver Figura 1).
- 5.1.1 Embudo Büchner de 100 mm de diámetro interno y 77 mm² de área perforada (ver Figura 1).
- 5.1.2 Membrana para filtrado- Filtro o membrana de bronce o acero inoxidable de 94 mm de diámetro y 9 mm de altura para ser usado en el embudo Büchner, con 75 μm (malla N° 200) de tamaño de poro.
- 5.1.3 Tapón de hule – Con un solo orificio capaz de sostener y ajustar al embudo Büchner del kitasato.
- 5.2 Opción alternativa- Aparato para el ensayo de partículas de aditivo (PAT) clásico– Sistema de filtración al vacío, con un kitasato de 1000 mL, una malla de 75 μm de acero inoxidable o bronce, y un embudo con reservorio, se utiliza para filtrar la disolución de ligante asfáltico diluido (Ver Figura 2).
- 5.2.1 Reservorio- Con capacidad de retener un mínimo de 250 mL de solvente, y debe tener un diámetro de fondo de 75,5 mm, de forma tal que se ajuste y soporte el filtro de 75 μm utilizado.
- 5.2.2 Membrana para filtrado- Filtro o membrana de bronce o acero inoxidable, de 47,5 mm de diámetro con 75 μm (malla N° 200) de tamaño de poro. Esta malla debe tener un diámetro que se ajuste al sistema de filtrado, inclusive puede utilizarse una tela de malla extendida.
- 5.2.3 Embudo para la membrana de filtrado- que soporte la base de la membrana para filtrado mediante una abrazadera y se ajuste al kitasato con un tapón de hule con un orificio y el reservorio. (ver Figura A1).
- 5.2.4 Tapón de hule – Con un solo orificio capaz de sostener y ajustar al embudo del kitasato.
- 5.3 Recipiente de filtrado al vacío- Kitasato de vidrio de pyrex de capacidad de 1000 mL, dos unidades.
- 5.4 Bomba de vacío- Capaz de reducir y mantener una presión de vacío de 200 mm de Hg durante toda la filtración.
- 5.5 Calentador de plantilla u Horno- Capaz de mantener la mezcla de filtrado a (80 \pm 5) °C. y el asfalto a (135 \pm 3) °C.

- 5.6 Dispositivo para determinar la masa- Balanza Semi –analítica con precisión de 0,001 g.
- 5.7 Dispositivo para determinar la masa- Balanza granataria con precisión de 0,1 g.
- 5.8 Frascos para disolución- Erlenmeyer de vidrio pyrex de 250 mL, cinco unidades.
- 5.9 Agitadores de vidrio de 10 mm de diámetro y 200 mm de largo, cuatro unidades.
- 5.10 Recipiente de muestra- beaker vidrio pyrex de 1000 mL.
- 5.11 Equipo volumétrico para disoluciones- Probeta de 100 mL, dos unidades.
- 5.12 Botella para lavados- Piseta de 500 mL, dos unidades.
- 5.13 Recipientes para sustancias químicas- Beaker de vidrio pyrex de 400 mL, dos unidades.

6. Reactivos químicos- Solventes

- 6.1 n-hexano (Precaución: los vapores calientes son inflamables)- grado análisis, ACS.
- 6.2 n-heptano- grado análisis, ACS.
- 6.3 Cloruro de metileno (Diclorometano)- grado análisis, ACS.
- 6.4 Tricloroetileno- grado análisis, ACS.

7. Procedimiento

- 7.1 Este ensayo debe realizarse por triplicado para asegurar su precisión y exactitud.
- 7.2 Calentar y agitar la muestra de asfalto modificado que será analizado a $(135 \pm 3) ^\circ\text{C}$, en un beaker de 1000 mL hasta que se encuentre fluido y fácil de verter.
- 7.3 Pesar una malla de 75 μm (Ver Figura 1), en la balanza semi-analítica a temperatura ambiente y registre la masa a 0,001 g (M2).
- 7.4 Cuando el ligante asfáltico este fluido. Colocar en un erlenmeyer de vidrio de 250 mL, 200 mL de n-hexano o de n-heptano y caliente en un horno a 80 $^\circ\text{C}$. Calentamientos prolongados generan pérdidas del solvente por evaporación y los vapores generados son inflamables. Para realizar una tercera replica debe llenarse de nuevo con el solvente y colocar previamente en el horno, no es conveniente calentar cantidades mayores de solvente, puede ser peligroso.
- 7.5 Cuando el ligante asfáltico se encuentre fluido y homogéneo, tare un erlenmeyer de 250 mL de vidrio (de masa conocida a 0,001g) y pese (10 ± 1) gramos de ligante asfáltico en una balanza granataria de 0,1 g. Seguidamente obtenga la masa a 0,001 g del erlenmeyer con la muestra y registre el valor de la masa de la muestra por diferencia cercano a 0,001 g (M).
- 7.6 Dentro del erlenmeyer de 250 mL que contienen la muestra de (10 ± 1) g, adicione 100 mL de n-hexano ACS (puede utilizar n-heptano en lugar de n-hexano) previamente calentado a 80 $^\circ\text{C}$. Agitar para disolver. Mantener la temperatura de 80 $^\circ\text{C}$ por 10-12 minutos mientras el ligante asfáltico se disuelve en su totalidad. Ocasionalmente, agitar despacio la muestra mientras se disuelve. Se debe trabajar con una réplica a la vez.

- 7.7 Ensamble el equipo de filtración al vacío. Asegurarse de que la malla esta correctamente colocada.
- 7.8 En una piseta para lavados de 500 mL adicionar 200 mL de n-hexano o del solvente utilizado y rotularla con el nombre del solvente. En una segunda piseta adicionar 400 mL de cloruro de metileno. No utilizar los solventes directamente de la botella, trasvase lo necesario en un beaker de 400 mL de vidrio.
- 7.9 Cuando el ligante asfáltico este completamente disuelto, encender la bomba de vacío y filtrar la disolución por medio de decantación, utilizando un agitador de vidrio para que la disolución se disperse por toda la malla de 75 μ m. Si se utiliza el equipo de la Figura 1 no llevar el nivel de disolución por encima del alto del filtro (9 mm, para evitar la pérdida de muestra). Trasvasar la muestra del erlenmeyer de forma cuantitativa, lavar el erlenmeyer con n-hexano hasta que la muestra pase en su totalidad al filtro de separación.
- 7.10 Cuando se hay filtrado toda la disolución, apague el sistema de vacío y realice lavados con la piseta que contiene el n-hexano. Con ayuda del agitador de vidrio mezclar el residuo del filtrado y lavar hasta que el líquido de filtrado sea claro o color paja.
- 7.11 Retirar el kitasato que contiene el n-hexano y colocar otro limpio y seco. Este solvente puede ser recuperado mediante el rotavapor. Una alternativa para realizar este procedimiento se define en la Norma ASTM D5404.
- 7.12 Con la piseta que contiene el cloruro de metileno, humedecer y mezclar el residuo de la filtración con cuidado y agitar cuidadosamente con el agitador de vidrio. Con ayuda del sistema de vacío filtre y continuar adicionando la mezcla de solventes y agitando hasta que el líquido que sale del filtro sea claro o color paja. Es conveniente lavar el erlenmeyer de la muestra con cloruro de metileno y pasar el líquido por la malla, para asegurar que toda la muestra fue trasvasada.
- 7.13 Retirar el filtro con el residuo y séquelo a temperatura ambiente en un desecador por 60 minutos.
- 7.14 Obtener la masa del filtro con el residuo hasta masa constante cercano a 0,001 g (M1).
- 7.15 Repetir el procedimiento del 7.3 al 7.14 dos veces más.
- 7.16 Retirar el kitasato que contiene el cloruro de metileno, este solvente puede ser recuperado mediante el rotavapor, una alternativa para realizar este procedimiento se define en la Norma ASTM D5404.

8. Cálculos

- 8.1 Calcule la masa porcentual de partículas de polímero SBR mayores a 75 μ m de cada replica usando n-hexano. La siguiente relación matemática puede ser utilizada:

$$\text{Contenido de Polímero SBR, } m/m / \% = [(M_1 - M_2)/M] \times 100$$

Donde,

M_1 = masa en gramos del filtro con el residuo. [Paso, 6.14].

M_2 = masa en gramos del filtro. [Paso, 6.3].

M = masa en gramos del ligante asfáltico utilizado ($\sim 10 \pm 1$) g. [Paso, 6.5].

9. Reporte de resultados

9.1 Reporte la identificación de la muestra.

9.2 Reporte identificación positiva de polímero tipo SBR.

9.3 Reporte el promedio del porcentaje de polímero SBR obtenido.

10. Precisión y exactitud

10.1 La investigación requerida para desarrollar la precisión para este método no ha sido realizada, para pruebas de laboratorio con siete repeticiones ($n = 7$) y un ligante asfáltico modificado mediante equipo de corte con un 2,5 % m/m con polímero SBR, se han obtenido los siguientes resultados:

Promedio para $n=7$, = 2,425 %
DVST, $s = 0,164$ %

10.2 La investigación requerida para desarrollar la exactitud para este método no ha sido realizada. No se cuenta con materiales de referencia certificado para este material.

10.3 Para la prueba de precisión se utilizó un ligante asfáltico tipo AC-30 modificado con 2,5 % m/m de polímero tipo SBR, en equipo de corte y condiciones de producción controladas, considerando que el valor real es 2,5 % y tomado en cuenta los resultados de las repeticiones, se obtuvo un 2,98 % de error.

11. Palabras claves

Partículas de aditivo, modificación, ligante asfáltico, material bituminoso, SBR, contenido de polímero, polímero.

12. Referencias

- National Cooperative Highway Research Program, NCHRP, "Report 459 Characterization of Modified Asphalt Binders in SuperPave Mix Design", Appendix I Standard Test Method for Determining the Content of Solid Additives in Asphalt Binder Using the Particulate Additive Test (PAT) Device, C-1-1 a C-1-4, 2001.
- Federal Highway Administration, FHWA, U.S. Department of Transportation, "Evaluation of the Particulate Additive Test, Publication NO. FHWA-HRT-04-110, 32 pages, 2004.



Figura A1. Equipo para filtración al vacío mediante un filtro de tamiz de 75 μm y 7 mm de altura.

ANEXO B

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA
VICERRECTORÍA DE INVESTIGACIÓN
Unidad de Gestión de Proyectos
INFORME FINAL

1. Información básica:

Código:	321-B2-A09		
Nombre del proyecto, actividad o programa:	CUANTIFICACIÓN DEL MODIFICANTE EN UN ASFALTO MODIFICADO CON POLIMERO TIPO SBR-LATEX		
Programa de adscripción:	Ley 8114 Impuesto a combustibles		
Unidad base	LanammeUCR	Unidad de apoyo	NA
Período vigencia:	Del 01 de agosto de 2012 al 14 de diciembre de 2013		
Fecha de presentación:	04 de diciembre de 2013		

2. Descripción general:

Resumen ejecutivo (entre 200 y 500 palabras), incluya objetivo, metas, método y resultados esperados:

El uso de ligantes asfálticos modificados con polímero es una alternativa muy poderosa en contraposición con el ligante asfáltico convencional, ya que la mezcla asfáltica con ligante asfáltico modificado mejora notablemente su desempeño evitando problemas típicos durante su servicio y mejorando su resistencia a la fatiga y a la deformación permanente.

El uso de ligante asfáltico modificado se ha convertido en un tema de gran importancia, se han utilizado modificadores tipo SBR, SBS, hule en polvo de llanta de reciclaje y otros tipos de plásticos como el polietileno, se modifica entre el 2.5 % m/m al 5 % m/m y los resultados reologicos comparándolo con el asfalto sin modificar son muy positivos. Por otra parte no está disponible un método para determinar el contenido de polímero modificador en el ligante asfáltico, que no sea mediante métodos instrumentales de FTIR, y es muy importante un método para el contenido de polímero modificador en el ligante asfáltico para el control de calidad del producto en nuestro medio y que sea un método simple de realizar.

El presente trabajo desarrolla un método de ensayo simple de bajo costo para determinar de forma cualitativa o cuantitativa el contenido de polímero tipo SBS presente en un asfalto modificado.

3. Desarrollo y ejecución (qué se hizo y cómo):

Objetivos específicos y metas	% de logro	Actividades desarrolladas	Dificultades y formas de resolverlas
<p>OBJETIVO ESPECÍFICO: 01</p> <p>Resumir del estudio bibliográfico anterior todo lo concerniente al tema de determinación del contenido de polímero en asfaltos modificados.</p> <p>METAS:</p> <p>1) Buscar las técnicas actuales para la determinación y cuantificación de polímero. Indicador: Se cuenta con material bibliográfico importante sobre el tema bibliografía incluida en el informe.</p>	100	Realización de resumen bibliográfico sobre las técnicas actuales para determinar el contenido de polímero.	NA
<p>OBJETIVO ESPECÍFICO: 02</p> <p>Evaluar la metodología propuesta en el informe de la NCHRP informe 9-10</p> <p>METAS:</p> <p>1) Determinar si esta metodología presente como un borrador (draft) tienen aplicación para la determinación del contenido de polímero utilizado en Costa Rica. Indicador: Uso de la metodología de la NCHRP</p>	100	Se realiza ensayo y se determinan fortalezas y debilidades del mismo.	NA
<p>OBJETIVO ESPECÍFICO: 03</p> <p>Modificar el método de PAT para determinar el contenido de polímero látex SBR.</p> <p>METAS:</p> <p>1) Buscar solventes y la forma apropiada para determinar y</p>	100	Cambios importantes que finalmente separa el polímero del asfalto y aislarlo para cuantificarlo	No se cuenta con muchos disolventes pero se realiza una tabla de solubilidades son los disolventes presentes.
Informe LM-PI-UMP-019-R1	Fecha de emisión: 06 de marzo de 2014	Página 31 de 47	

Objetivos específicos y metas	% de logro	Actividades desarrolladas	Dificultades y formas de resolverlas
<p>asilar el polímero tipo SBR Indicador: De volumétrico a gravimétrico y otros solventes.</p>			
<p>OBJETIVO ESPECÍFICO: 04</p> <p>Verificar la metodología propuesta, llamada inicialmente "PAT modificado" y escritura de la metodología en formato de método de ensayo, se utiliza formato ASTM</p> <p>METAS:</p> <p>Verificar la recuperación del polímero, efecto del solvente, y escritura de la metodología</p>	100	Pruebas de solubilidad con los solventes elegidos y pruebas para separar efectivamente el polímero del asfalto modificado con máxima eficiencia.	NA
<p>OBJETIVO ESPECÍFICO: 05</p> <p>Ampliar la metodología a otros polímeros de uso común en otros países pero de diferente naturaleza química al no ser polímeros tipo SBR.</p> <p>METAS:</p> <p>1- Buscar otros solventes para aislar los otros tipos de polímero.</p>	100	Evaluar todos los solventes presentes en el laboratorio del LanammeUCR en busca de aislar los polímeros tipo SBS y elvaloy	No se cuenta con mucha variedad de solventes y los pedidos se demoran en ingresar su tiempo para continuar con mas pruebas .

*Agregar las celdas que sean necesarias

4. Resultados globales (utilice la cantidad de palabras necesarias):

<p>Resultados principales:</p> <p>Los resultados principales de esta investigación son: el primer método para determinar el contenido de polímero tipo SBR en asfaltos de Costa Rica</p>
<p>Impacto del proyecto en los ámbitos que corresponda:</p> <p>El impacto de este proyecto se espera que sea en el campo de la infraestructura vial del país para provocar que se utilice esta técnica en el control de calidad del contenido de polímero incorporado de al asfalto utilizado en pavimentos de Costa Rica.</p>
<p>Beneficios para la unidad académica y la Universidad de Costa Rica:</p> <p>Los beneficios son: la venta de servicios en los ensayos realizados así como el intercambio de conocimientos.</p>
<p>Interrogantes y nuevas investigaciones:</p> <p>En cuanto a nuevas investigaciones es importante en ahondar en la caracterización e identificación de otros materiales utilizados para modificar los ligantes asfálticos utilizados en la construcción de carreteras.</p>
<p>Actividades pendientes:</p> <p>NA</p>

5. Producción académica (adjuntar anexos):

<p>Referencias de los manuscritos artículos en prensa o publicados:</p> <p>Proyecto presentado en el TRB de Washington, USA 2013</p>
--

Tests Modification of the Particulate Additive Test (PAT), for the determination of the SBR polymer content on Asphalt Binders

José P. Aguiar-Moya, PhD¹; Jose Corrales-Azofeifa, M.Sc²; Jorge A. Salazar-Delgado¹; Luis G. Loria-Salazar, PhD¹

¹National Materials and Structural Models Laboratory (LanammeUCR), Universidad de Costa Rica

Introduction

- The use of modified asphalt binders continues to increase
- In 2001, Bahia *et al.* calculated that around 15% of the total annual tonnage of the binders used were modified binders
- In Costa Rica, the use of modified binders with commercial products like SBR and SBS polymers is recent
- Amount and type of modifier should be measured in the field
- Reaching the homogeneity of the Modified asphalt binder is a difficult process.
- A procedure to ensure that the amount of modifier required by the mixture is actually being added is necessary
- QC/QA tool for pavement construction
- The objective of the study is to develop a method to quantify the content of a polymer modifier in asphalt binder by means of a modification to the Particulate Additive Test (PAT)
- A modified PAT is proposed and demonstrated
- A gravimetric approach instead of a volumetric approach is used
- High quality commercial solvents to achieve polymer separation were identified
- The recovery of used solvents by means of the rotary evaporator (Rotary Evap) was implemented
- A QC/QA method was proposed

Materials used in the study

Binder Identification	Polymer Binder	Percentage of Polymer used	Polymer used
LPI (Cm) (A)	44-22	0.80	-
LPI +1.5% m/m SBR (A)	70-22	2.50	UP-70
LPI +1.5% m/m SBR (B)	74-23	1.40	BrosalNF01115

Materials used in the study

Physical and Chemical Properties of evaluated solvents

Substance	Boiling Point (°C)	Boiling Point (°C)	Vaporization Enthalpy (kJ/mol)	Chemical Formula	Density (g/cm ³)
n-Hexane	68.7	70	30.8	C ₆ H ₁₄	0.6593
n-Heptane	98.4	74	36	C ₇ H ₁₆	0.6848
n-Octane	125.6	76	41	C ₈ H ₁₈	0.7030
n-Nonane	151.0	77	46	C ₉ H ₂₀	0.7201
n-Decane	174.0	78	51	C ₁₀ H ₂₂	0.7361
n-Dodecane	216.2	79	59	C ₁₂ H ₂₆	0.7506
Tetralin	160	119	42.62	C ₁₀ H ₈	0.931
1,2-Dichloroethane	83.5	11.8	19.9	C ₂ H ₄ Cl ₂	1.253
1,1,2-Trichloroethane	84	11.8	19.9	C ₂ H ₃ Cl ₃	1.479
1,1,1-Trichloroethane	74	11.8	19.9	C ₂ HCl ₃	1.479
1,1,2,2-Tetrachloroethane	147	14.3	30.3	C ₂ H ₂ Cl ₄	1.622

Solvent Hazard Information (Q = none to 4 = severe)

Solvent	Health Hazard	Flammability Hazard	Reactivity Hazard	Corrosive Hazard	M.S.C. (mg/m ³)
n-Hexane	1	2	0	0	100
n-Heptane	1	2	0	0	100
n-Octane	1	2	0	0	100
n-Nonane	1	2	0	0	100
n-Decane	1	2	0	0	100
n-Dodecane	1	2	0	0	100
Tetralin	2	2	0	0	100
1,2-Dichloroethane	2	2	0	0	100
1,1,2-Trichloroethane	2	2	0	0	100
1,1,1-Trichloroethane	2	2	0	0	100
1,1,2,2-Tetrachloroethane	2	2	0	0	100

Determination of SBR polymer content:

Stage 1: Dissolve asphalt binder in n-hexane to separate the Asphaltene + SBR from the Maltene

- Obtain the mass of a 75 µm sieve (± 0.1 mg)
- Weigh 10g of asphalt binder at 135 °C and add 100 mL of n-hexane at 10 °C below its boiling point (g)
- Filter using vacuum and wash the residue on the sieve with n-hexane at room temperature

Stage 2: Dissolve asphaltene + SBR in dichloromethane to separate the SBR from the asphaltene

- Wash the residue on the sieve with dichloromethane at room or below room temperature, and filter using vacuum.
- Obtain the mass of the sieve with the polymer residue (± 0.1 mg)
- SBR Polymer content, (m/m) / % = [(M₁-M₂)/M₁] x 100
- M₁ = mass of filter + residue (g)
- M₂ = mass of filter (g)
- M = mass of modified asphalt binder, ~10g (g)

Analysis Results

Sample	Asphalt Binder (m/m)	Recovered Asphaltene (%)	% of SBR polymer
LPI (Cm) (A)	0.80	0.80	0.00
LPI +1.5% m/m SBR (A)	2.50	0.80	2.50
LPI +1.5% m/m SBR (B)	1.40	0.80	2.50
LPI (Cm) (A)	0.80	0.80	0.00
LPI +1.5% m/m SBR (A)	2.50	0.80	2.50
LPI +1.5% m/m SBR (B)	1.40	0.80	2.50
LPI (Cm) (A)	0.80	0.80	0.00

Conclusions

- The method is valid for SBR type polymers
- A modification for SBS type polymer recovery is required
- The proposed test method can be used for qualitative and quantitative purposes: QC/QA and FTIR
- Non-polar solvents like n-hexane and dichloromethane cause precipitation and decoloration of the asphalt binder along with the added modifiers
- Dichloromethane and n-hexane-dichloro don't interact with the SBR type polymer, which makes them ideal to achieve the separation
- This method is recommended as a simple and quick verification with readily available equipment and chemicals
- The recovery of the solvents is suggested by means of rotary evaporator.

Referencias de los artículos u otros productos que se proyectan:

Se pretende preparar un artículo adicional cuando la metodología sea extendida a otros polímeros y comparada directamente con las curvas de calibración del FTIR

Títulos de las ponencias y participación en eventos, lugar y fechas:

Se presentó en el Foro de Investigación del PITRA el 29 de noviembre de 2012

Impacto en procesos de enseñanza aprendizaje:

El impacto del taller fue excelente la encuesta realizada reflejó un alto porcentaje de satisfacción por lo que se proyecta dar este taller de manera continua como parte de la transferencia de tecnología del Lanamme UCR. Taller impartido en el 2013 por el PITRA LanammeUCR

Otros productos:

6. Trabajos de graduación y participación estudiantil:

Asistentes	Labores ejecutadas

Informe LM-PI-UMP-019-R1	Fecha de emisión: 06 de marzo de 2014	Página 34 de 47
--------------------------	---------------------------------------	-----------------

*Agregar las celdas que sean necesarias

Título de las tesis involucradas en el proyecto	Nombre de los/las estudiantes	Grado
NA	NA	NA

*Agregar las celdas que sean necesarias

7. Comentarios generales:

Ninguno

8. Informe financiero (adjuntar informe respectivo):

Comentarios:
Ley 8114 de Simplificación y Eficiencia Tributaria

9. Aspectos éticos (adjuntar la “Aplicación para revisión continua o para cerrar el estudio” del CEC):

Comentarios:
Ninguno

10. Autorización para incorporar el informe final ejecutivo en los repositorios de la UCR.

(x) SI () NO Autorizo a la Vicerrectoría de Investigación para incluir en los repositorios institucionales el anterior informe.

(x) SI () NO Autorizo a la Vicerrectoría de Investigación para incluir en los repositorios institucionales los productos académicos adjuntos al informe.

06 de marzo de 2014

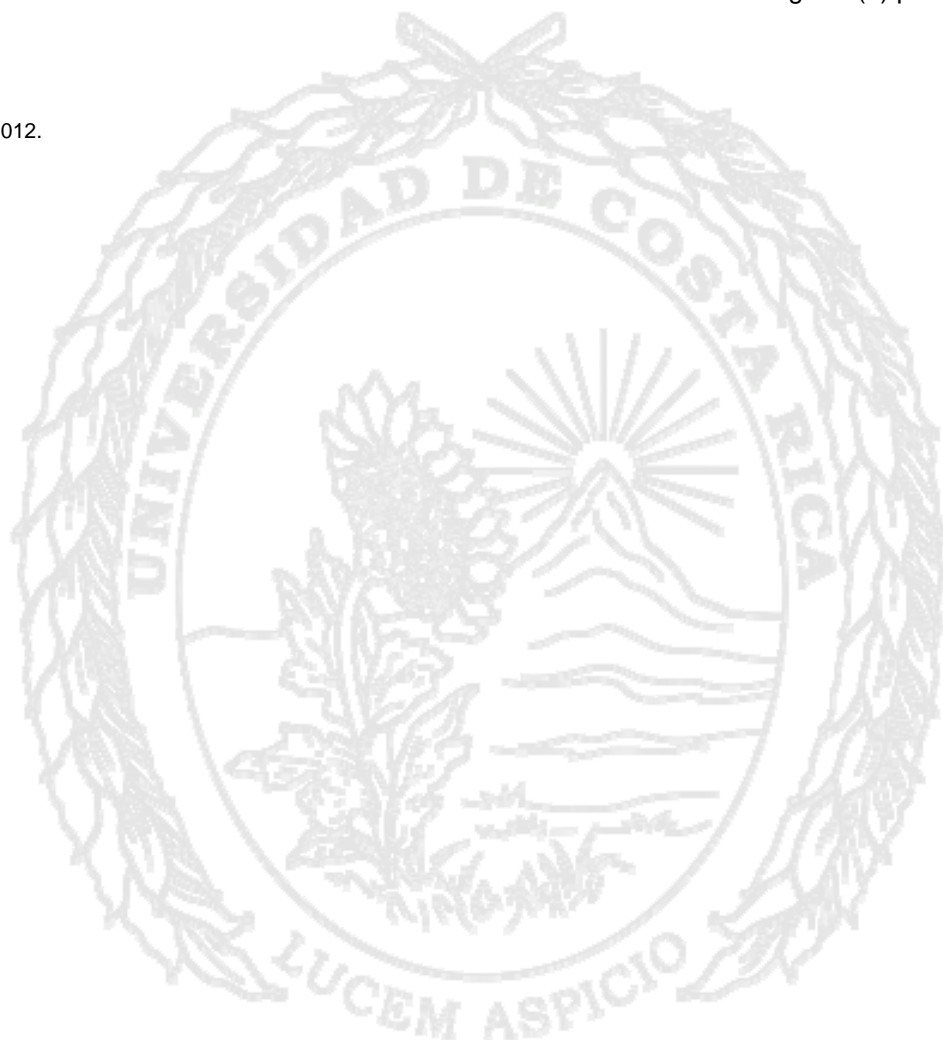
Quim. Jorge Salazar Delgado

Fecha

Firma

Investigador(a) principal

Versión 21-10-2012.



ANEXO C



UNIVERSIDAD DE COSTA RICA

VICERRECTORÍA DE INVESTIGACIÓN

LanammeUCR

COMITÉ ÉTICO CIENTIFICO

Teléfonos:(506) 2511-5006 Telefax: (506) 224-9367

Aplicación para revisión continua o para cerrar el estudio*

Por favor complete TODAS las secciones ya sea en el caso de revisión continua o cierre del estudio

Proyecto #: B2A10

Fecha de expiración de la vigencia de la revisión inicial otorgada por el CEC: 04 de diciembre de 2013

Investigador(a) principal: Quim. Jorge Salazar Delgado

Título de la investigación: **CUANTIFICACIÓN DEL MODIFICANTE EN UN ASFALTO MODIFICADO CON POLIMERO TIPO SBR-LATEX**

1. ESTADO DE LA INVESTIGACIÓN

Marque la opción que describe mejor el estado actual de esta investigación:

- A la fecha no se ha enrolado ningún participante.
- Continúa el reclutamiento de participantes nuevos / revisión de registros / recolección de muestras.
- Se acabó el reclutamiento, pero los participantes permanecen recibiendo intervenciones relacionadas con la investigación.

- Ya no se recluta más y los participantes completaron las intervenciones relacionadas con la investigación. El estudio permanece activo solamente para darles seguimiento a largo plazo.
- El reclutamiento se ha cerrado permanentemente, los participantes han completado todas las intervenciones relacionadas con el estudio y se ha completado el seguimiento a largo plazo. Las actividades de investigación remanentes se limitan a análisis de datos que puede requerir contacto con información sobre la que usted normalmente no tiene acceso, tal como registros médicos, académicos, especímenes de laboratorio, patología, etc.
- Estudio cerrado.** El reclutamiento y el seguimiento se han completado y no se anticipa un contacto futuro con los participantes / registros / especímenes, para obtener información a la que usted normalmente no tiene acceso. **Por favor adjunte un informe final, que incluya el total de participantes enrolados, las razones para cerrar el estudio y cualquier publicación relacionada con el mismo.**

2. CANTIDAD DE PARTICIPANTES

Complete con la información correspondiente:

- A. Máximo número de participantes, a quienes se les va a solicitar consentimiento para participar y que el CEC aprobó previamente, por toda la vigencia de este estudio:
Mónica Jiménez Acuña, investigadora principal, sin carga académica
Andrea Ulloa Calderón, investigadora asociada, sin carga académica
- B. Número total de participantes que han consentido a la fecha:
2
- C. Número total de participantes que luego de firmar el consentimiento, se han retirado por cuenta propia o han sido retirados por no satisfacer criterios de inclusión, a la fecha:
Ninguna
- D. Total que ha consentido desde la última revisión continua:
NA
- E. Total que ha consentido pero se ha retirado por cuenta propia o han sido retirados por no satisfacer criterios de inclusión, desde la última revisión continua:
Ninguna

3. RESUMEN DEL AVANCE DENTRO DEL ÚLTIMO PERIODO DE APROBACIÓN DEL CEC

Conteste todas las preguntas, para las que no aplican a su estudio indique NO.

- A. SI NO ¿El estudio está en la fase de reclutamiento de participantes?
- B. SI NO ¿El estudio ha estado reclutando participantes? *Si la respuesta es NO, pero la de A. fue SI, incluya un resumen describiendo las razones por las cuales no se ha producido.*
- C. SI NO ¿Alguno de los participantes se ha retirado del estudio, ha sido sacado o se ha perdido? *Si la respuesta es SI, incluya un resumen narrativo describiendo las razones para esto.*
- D. SI NO ¿Algún participante se ha quejado de la investigación? *Si la respuesta es SI, incluya un resumen narrativo de las quejas recibidas.*
- E. SI NO ¿Se ha publicado literatura científica relevante para esta investigación, durante este periodo, que pueda alterar las apreciaciones iniciales de riesgos o de beneficios asociados a este estudio? *Si la respuesta es SI, adjunte copias de esta publicación y un resumen narrativo.*
- F. SI NO ¿Ha habido hallazgos preliminares, incluyendo informes interinos, manuscritos, resúmenes, publicaciones y hallazgos clínicos, que puedan tener impacto sobre el estudio? *Si la respuesta es SI, adjunte copias de estos informes y un resumen narrativo. Anote cualquier evento o descubrimiento que pueda alterar la razón riesgo/beneficio del estudio, incluyendo informes favorables.*
- G. SI NO ¿Se han realizado informes de avance del estudio como los que se envían a la Vicerrectoría de Investigación, a las agencias financiadoras y otros? *En caso afirmativo, adjunte las copias y un resumen narrativo.*
- H. SI NO ¿Se han realizado informes de avance del estudio por parte de otros investigadores participantes, fuera de la UCR, para enviar a sus respectivas instituciones (estudios multicéntricos y otros)? *En caso afirmativo, adjunte las copias y un resumen narrativo.*

- I. SI NO ¿Se ha descubierto alguna otra información relevante a este estudio, sobre todo relacionada con los posibles riesgos y beneficios asociados al mismo? *En caso afirmativo, adjunte copias de esta información y un resumen narrativo.*
- J. SI NO ¿Se ha detectado algún problema no anticipado, relacionado con riesgos para los participantes u otras personas, en la UCR o algún otro sitio donde se desarrolle el estudio? *En caso afirmativo, enumere y describa estos problemas en un resumen narrativo.*
- K. SI NO ¿Se han reportado al CEC todos los problemas no anticipados que conllevan riesgo para los participantes u otras personas, que requieren ser informados con prontitud? *Si la respuesta es negativa, envíe al CEC la información requerida antes de que transcurran 5 días hábiles. Indique si estos eventos o problemas cambiaron la razón riesgo/beneficio o requirieron cambios en el documento de consentimiento informado.*
- L. SI NO ¿El perfil de reacciones adversas experimentado por los participantes difiere del esperado? (reacción adversa/evento adverso significa cualquier acontecimiento desfavorable e indeseado, tanto serio como no serio, esperado o inesperado, relacionado o no con el estudio). *Si la respuesta es afirmativa, adjunte un resumen narrativo describiendo las diferencias entre el perfil de reacciones adversas esperado y el encontrado.*
- M. SI NO ¿Se ha asignado a un Comité Independiente de Monitorización de Datos la revisión periódica de los riesgos para los participantes? *Si la respuesta es afirmativa indique la frecuencia con que se realiza esta tarea y un resumen narrativo de sus informes.*
- N. SI NO ¿Los participantes han experimentado algún beneficio derivado del estudio? *En caso afirmativo, adjunte un resumen narrativo describiendo estos beneficios.*

4. INFORMACIÓN SOBRE EL DOCUMENTO DE CONSENTIMIENTO INFORMADO

- SI NO ¿El CEC requiere el uso de un documento escrito de consentimiento informado para la ejecución de este estudio?

En caso afirmativo, adjunte una copia del documento aprobado y sellado que ha estado en uso Y otra copia idéntica y limpia para volver a sellar una vez aprobada la revisión continua, para ser usado durante el siguiente periodo de aprobación (excepto si ya concluyó el reclutamiento).

5. INFORMACIÓN SOBRE CONTACTOS

Informe LM-PI-UMP-019-R1	Fecha de emisión: 06 de marzo de 2014	Página 40 de 47
--------------------------	---------------------------------------	-----------------

Investigador principal:

Nombre:	Apellido:	Cédula #	Unidad académica:
Jorge	Salazar Delgado	109000384	LanammeUCR
Teléfono:	Celular:	Fax:	Email:
25112512	88312104	25114440	Jorge.salazardelgado@ucr.ac.cr

Profesor(a) tutor(a) (complete si el investigador principal es estudiante):

Nombre:	Apellido:	Cédula #	Unidad académica:
NA	NA	NA	NA
Teléfono:	Celular:	Fax:	Email:
NA	NA	NA	NA

Persona encargada del contacto con el estudio (complete si el contacto primario no es alguno de los anteriores):

Nombre:	Apellido:	Cédula #	Unidad académica:
Jose Pablo	Aguiar Moya	1-1096-0827	LanammeUCR
Teléfono:	Celular:	Fax:	Email:
25112529	83890404	25114440	jose.aguiar@ucr.ac.cr

6. DECLARACIÓN SOBRE CONFLICTOS DE INTERESES DEL INVESTIGADOR(A)

SI NO ¿Se ha desarrollado algún nuevo conflicto de intereses para el investigador(a) principal o para el personal clave del estudio? *En caso afirmativo adjunte una narración detallada de las características del conflicto cuando los investigadores, personal clave o cualquier otra persona responsable del diseño, ejecución o reporte del estudio tiene un interés financiero en, o actúa en representación de, una entidad externa cuyos intereses financieros, pareciera razonable pensar, que podrían afectarse por la investigación.*

7. DECLARACIÓN DEL INVESTIGADOR PRINCIPAL

Lea cuidadosamente esta declaración antes de firmar.

Informe LM-PI-UMP-019-R1	Fecha de emisión: 06 de marzo de 2014	Página 41 de 47
--------------------------	---------------------------------------	-----------------

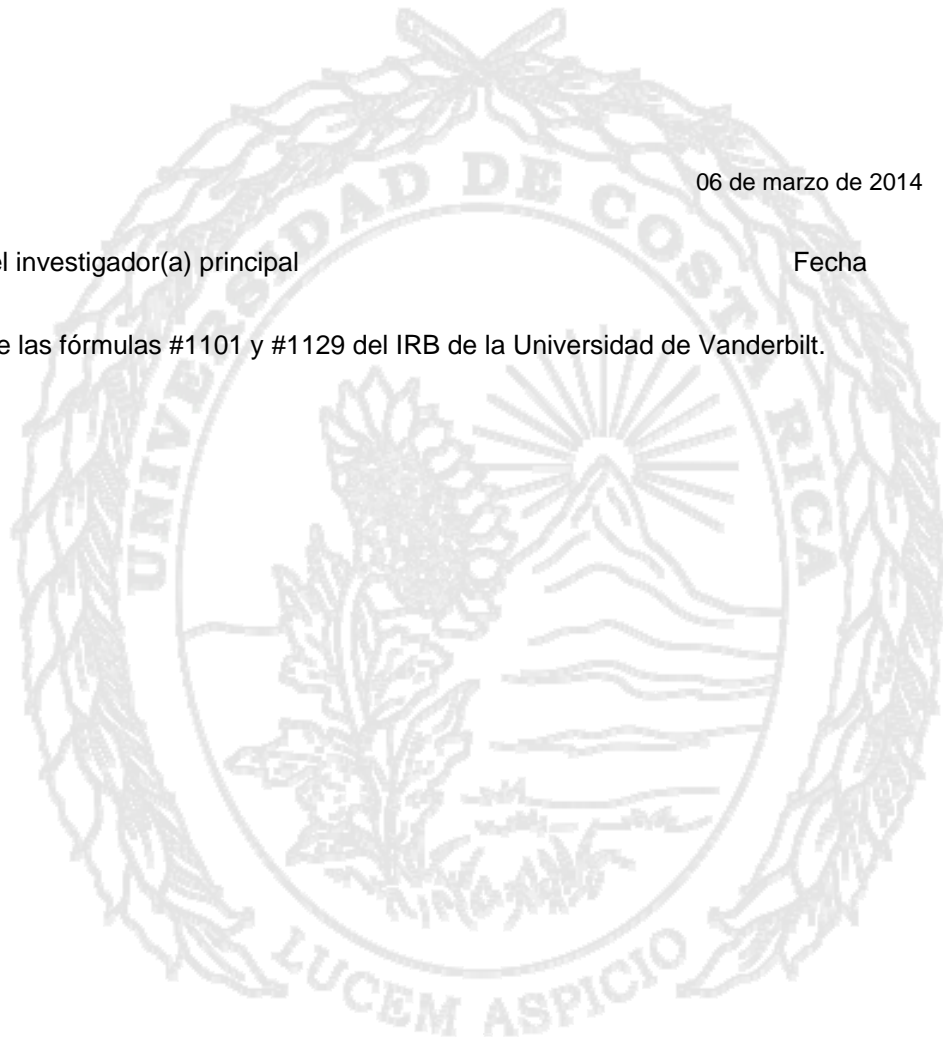
Adicionalmente a las respuestas anteriores, yo confirmo que el documento de consentimiento informado en uso, aprobado por el CEC, ha sido firmado, fechado y guardado en mis archivos para cada participante enrolado en este estudio y una copia del mismo fue entregada a la persona que lo firmó como participante (cuando el uso de documento de consentimiento informado fue requerido). Asimismo confirmo que no se han realizado cambios en los procedimientos del estudio o en el documento de consentimiento sin previa aprobación por parte del CEC.

06 de marzo de 2014

Firma del investigador(a) principal

Fecha

*Adaptado de las fórmulas #1101 y #1129 del IRB de la Universidad de Vanderbilt.



ANEXO D

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA VICERRECTORÍA DE INVESTIGACIÓN

Unidad de Gestión de Proyectos

Unidad de Gestión de Calidad

Tel.: 2511-5845

Formulario para la evaluación de informes parciales, finales y solicitud de ampliación de vigencia

Instrucciones

Los informes parciales, finales y las solicitudes de ampliación de vigencia se consideran parte de la evaluación de seguimiento; en ellos se revisan los resultados y productos alcanzados en un momento determinado, también las circunstancias y condiciones en que se produjeron. Las evaluaciones obtenidas son utilizadas como insumos para la asignación de recursos, tanto para la continuación de ejecución como para las propuestas nuevas por parte de los(as) investigadores(as) encargados(as).

Los informes y solicitudes contemplan cuatro componentes: (I) Información sustantiva de la propuesta, (II) una autoevaluación de parte del/los(as) investigadores(as), (III) una evaluación de los alcances y logros reportados y (IV) una evaluación del informe.

Los informes parciales y las solicitudes de ampliación de vigencia deben ser evaluados por las Comisiones de Investigación y/o los Consejos Científicos y aprobados por la Dirección de la Unidad Académica. En el caso de los informes finales de los proyectos de investigación, éstos deben ser evaluados adicionalmente por pares académicos, internos y/o externos a criterio de

Informe LM-PI-UMP-019-R1	Fecha de emisión: 06 de marzo de 2014	Página 43 de 47
--------------------------	---------------------------------------	-----------------

la Comisión de Investigación o del Consejo Científico. Por su parte, la Vicerrectoría de Investigación evalúa tanto los informes parciales como los finales, siendo la entidad que en última instancia aprueba éstos y las solicitudes de ampliación de vigencia.

Las dimensiones a evaluar son las siguientes:

Autoevaluación: Evaluación de las condiciones, Evaluación de los colaboradores, Evaluación del apoyo institucional recibido.

Evaluación de alcances y logros: Solidez de las evidencias y resultados reportados, Productividad, Impacto y Visibilidad potencial.

Evaluación del informe: Exhaustividad, Claridad, Rigurosidad.

A continuación encontrará cuatro apartados con los ítems correspondientes a cada una de las dimensiones a evaluar. Para cada ítem considere el informe y califíquelo luego en una escala de 1 a 100. En donde 0 indica una muy mala calificación y 100 una excelente calificación. En caso de que al evaluar considere que el componente evaluado en el ítem no debería ser aplicado a la propuesta, marque con una X en el espacio "No aplica".

TITULO DE LA PROPUESTA:

CUANTIFICACIÓN DEL MODIFICANTE EN UN ASFALTO MODIFICADO CON POLIMERO TIPO SBR-LATEX.

I. Autoevaluación

Este apartado debe ser llenado por el/la/las investigador(a)(as).

Criterio	Calificación	No aplica
1. Evaluación de la ejecución de la propuesta en general.	100	
2. Valoración del aporte de los colaboradores no académicos.	100	
3. Evaluación del nivel de integración de los colaboradores académicos.		X
4. Evaluación del trabajo de los/las asistentes.	100	
5. Valoración del apoyo administrativo de la unidad académica para esta propuesta.	100	
6. Valoración del apoyo de la Vicerrectoría de Investigación para esta propuesta.		X
7. Valoración del aporte de otras instancias universitarias para esta propuesta.		X
8. Valoración el apoyo de FUNDEVI para esta propuesta.		X
9. Grado de satisfacción con los resultados y logros alcanzados.	100	
Calificación promedio (sin considerar los no aplica)	100	

TITULO DE LA PROPUESTA:

CUANTIFICACIÓN DEL MODIFICANTE EN UN ASFALTO MODIFICADO CON POLIMERO TIPO SBR-LATEX

II. Evaluación de alcances y logros

Criterio	Calificación	No aplica
10. Los logros y alcances académicos del trabajo realizado.	100	
11. Los productos académicos aportados.	100	
12. La visibilidad potencial de los resultados y productos.	100	
13. El impacto potencial de los resultados y productos en los procesos de enseñanza aprendizaje.	100	
14. El impacto potencial de los resultados y productos en la unidad académica de adscripción.	100	
15. El impacto potencial de los resultados y productos en el área disciplinar de adscripción del trabajo.	100	
16. El impacto potencial de los resultados y productos en el ámbito extraacadémico.	100	
Calificación promedio (sin considerar los no aplica)	100	

III. Evaluación del informe

Criterio	Calificación	No aplica
17. Grado de exhaustividad en la presentación de resultados y logros.		
18. Grado de claridad en la presentación de los resultados y logros.		
19. Grado de rigurosidad argumentativa en la presentación de resultados y logros.		
20. Evidencias aportadas para sustentar conclusiones y argumentos.		
Calificación promedio (sin considerar los no aplica)		

IV. Evaluación de Vicerrectoría de Investigación

Criterio	Calificación	No aplica
21. Puntualidad en la presentación de informes.		
22. Ejecución y uso de los recursos financieros.		
23. Productos académicos logrados versus proyectados.		
24. Visibilidad de resultados y logros.		
25. Impacto alcanzado versus proyectado.		
Calificación promedio (sin considerar los no aplica)		
Calificación global		

Versión 12-09-2012.

